

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局

(43) 国際公開日  
2023年11月16日(16.11.2023)



(10) 国際公開番号  
**WO 2023/218745 A1**

(51) 国際特許分類:  
A24B 15/32 (2006.01) A24B 15/26 (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2023/009210

(22) 国際出願日: 2023年3月10日(10.03.2023)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:  
特願 2022-079245 2022年5月13日(13.05.2022) JP

(71) 出願人: 日本たばこ産業株式会社 (JAPAN TOBACCO INC.) [JP/JP]; 〒1056927 東京都港区虎ノ門四丁目1番1号 Tokyo (JP).

(72) 発明者: 鶴岡 直哉 (TSURUOKA, Naoya); 〒1308603 東京都墨田区横川一丁目17番7号 日本たばこ産業株式会社内 Tokyo (JP). 千田 正浩 (CHIDA, Masahiro); 〒1308603 東京都墨田区横川一丁目17番7号 日本たばこ産業株式会社内 Tokyo (JP). 水谷 雅史 (MIZUTANI, Masashi); 〒1308603 東京都墨田区横川一丁目17番7号 日本たばこ産業株式会社内 Tokyo (JP).

(74) 代理人: 山本 修, 外 (YAMAMOTO, Osamu et al.); 〒1000004 東京都千代田区大手町二丁目2番1号 新大手町ビル206区 ユアサハラ法律特許事務所 Tokyo (JP).

(54) Title: METHOD FOR ISOLATING AND PURIFYING NEOPHYTADIENE FROM LEAF TOBACCO, NEOPHYTADIENE COMPOSITION, NON-COMBUSTION HEATING-TYPE FLAVOR INHALER, NON-COMBUSTION NON-HEATING TYPE FLAVOR INHALER, COMBUSTION-TYPE FLAVOR INHALER AND METHODS FOR PRODUCING SAME

(54) 発明の名称: 葉たばこからネオフィタジエンを単離精製する方法、ネオフィタジエン組成物、非燃焼加熱型香味吸引器、非燃焼非加熱型香味吸引器及び燃焼型香味吸引器、並びにそれらの製造方法



AA Leaf tobacco  
BB Extraction  
CC Extraction liquid  
DD Liquid-liquid extraction  
EE Dried matter  
FF Solution  
GG Supernatant liquid  
HH Normal phase HPLC  
II Neophytadiene  
JJ Aprotic solvent  
KK Extraction residue  
LL Acidic aqueous solution  
MM Aqueous layer (nicotine)  
NN Protic solvent  
OO Protic solvent layer  
PP Precipitate (higher hydrocarbon)  
QQ Step

(57) Abstract: The present invention provides a method that makes it possible to isolate and purify neophytadiene from

WO 2023/218745 A1

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, CV, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SC, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, ME, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

一 国際調査報告 (条約第21条(3))

leaf tobacco with high yield and high purity. The method comprises: a step for adding an aprotic solvent to leaf tobacco to perform an extraction operation and removing extraction residue to obtain an extraction liquid (A1); a step for adding an acidic aqueous solution to the extraction liquid (A1) to perform liquid-liquid extraction, and removing an aqueous layer to obtain an extraction liquid (B1); a step for adding a protic solvent to the extraction liquid (B1) to perform liquid-liquid extraction, and removing a protic solvent layer to obtain an extraction liquid (C1); a step for removing a solvent from the extraction liquid (C1) to obtain dried matter (D1); a step for adding a protic solvent to the dried matter (D1) to obtain a solution (E1); a step for removing precipitate produced in the solution (E1) to obtain a supernatant liquid (F1); a step for replacing the solvent in the supernatant liquid (F1) with an aprotic solvent to obtain a solution (G1); and a step for isolating and purifying neophytadiene from the solution (G1) via normal phase HPLC.

(57) 要約: 葉たばこからネオフィタジエンを高収率かつ高純度で単離精製可能な方法を提供する。葉たばこに非プロトン性溶媒を添加して抽出操作を行い、抽出残渣を除去して抽出液 (A 1) を得る工程と、抽出液 (A 1) に酸性水溶液を添加して液液抽出を行い、水層を除去して抽出液 (B 1) を得る工程と、抽出液 (B 1) にプロトン性溶媒を添加して液液抽出を行い、プロトン性溶媒層を除去して抽出液 (C 1) を得る工程と、抽出液 (C 1) の溶媒を除去して乾固物 (D 1) を得る工程と、乾固物 (D 1) にプロトン性溶媒を添加して溶液 (E 1) を得る工程と、溶液 (E 1) 中に生成した沈殿物を除去して上澄み液 (F 1) を得る工程と、上澄み液 (F 1) の溶媒を非プロトン性溶媒に置換して溶液 (G 1) を得る工程と、順相系 H P L C により溶液 (G 1) からネオフィタジエンを単離精製する工程と、を含む方法。

## 明 細 書

発明の名称：

葉たばこからネオフィタジエンを単離精製する方法、ネオフィタジエン組成物、非燃焼加熱型香味吸引器、非燃焼非加熱型香味吸引器及び燃焼型香味吸引器、並びにそれらの製造方法

### 技術分野

[0001] 本発明は、葉たばこからネオフィタジエンを単離精製する方法、ネオフィタジエン組成物、非燃焼加熱型香味吸引器、非燃焼非加熱型香味吸引器及び燃焼型香味吸引器、並びにそれらの製造方法に関する。

### 背景技術

[0002] ネオフィタジエンは葉たばこに含まれるテルペノイド化合物であり、タバコ植物の特徴的な香気と相関があることから、香気品質の発現に重要な成分として着目されてきた。ネオフィタジエンを含む精油が抗炎症作用を有することは知られていたが（非特許文献1）、近年、ネオフィタジエン単体で抗炎症作用を発揮することが明らかになり着目されている（非特許文献2）。

[0003] ネオフィタジエンを含むものとして、植物体ではたばこの他に藻類が知られている（非特許文献2）。ネオフィタジエンは植物に含まれるクロロフィルa及びbの一部がルーメン内で加水分解によって遊離したフィトールに由来することが報告されており、ネオフィタジエンを含む牧草を飼料とした牛の牛乳や牛肉からネオフィタジエンが検出されることも報告されている（非特許文献3）。

[0004] ネオフィタジエンの単体を手に入れる手法としては、主に合成反応が用いられている。合成反応では、まずクロロフィルをアルカリ条件下で加水分解することでフィトールが生成する。生成したフィトールに濃硫酸を加え、170℃で加熱することで、脱離反応が生じ、ネオフィタジエンが生成する（特許文献1）。

[0005] 一方、ネオフィタジエンを植物体等の混合物から分離する場合は、他の物

質を含むような精油として精製されており、ネオフィタジエン単体の単離精製に関する報告は少ない。例えば、非特許文献4には、たばこからネオフィタジエンを単離精製するプロセスとして、黄色種のたばこからヘキサン溶媒で抽出した後、ケイ酸カラムクロマトグラフィーを用いてヘキサン層を溶出させ、アセトンに溶媒置換し、飽和炭化水素を結晶化させて除いた後、アルミナクロマトグラフィーを使用して溶出させる方法が記載されている。

## 先行技術文献

### 特許文献

[0006] 特許文献1：特表2012-529893号公報

### 非特許文献

[0007] 非特許文献1：Adeosun TE, Ogunwande IA, Avoseh ON, Raji IP, Lawal OA. Composition and Anti-inflammatory Activity of Essential Oil of *Jatropha curcas*. *Nat Prod Commun*. 2017 Mar;12(3):439-440. PMID: 30549905.

非特許文献2：Bhardwaj, M., Sali, V.K., Mani, S. et al. Neophytadiene from *Turbinaria ornata* Suppresses LPS-Induced Inflammatory Response in RAW 264.7 Macrophages and Sprague Dawley Rats. *Inflammation* 43, 937-950 (2020)

非特許文献3：放牧飼養による生産乳の揮発性成分の特徴と乳中揮発性成分をマーカーとしたトレーサビリティーの確立に関する研究，上田靖子，北海道大学，博士（農学）乙第6987号(2016)

非特許文献4：Flue-cured Tobacco. II. Neophytadiene

## 発明の概要

### 発明が解決しようとする課題

[0008] しかしながら、非特許文献4に記載の方法ではネオフィタジエンを高収率かつ高純度で単離精製することができず、ネオフィタジエンの有効利用拡大を考慮すると、葉たばこからネオフィタジエンを高収率かつ高純度で単離精製可能な方法を開発することが望まれる。

[0009] 本発明は、葉たばこからネオフィタジエンを高収率かつ高純度で単離精製可能な方法、該方法により得られるネオフィタジエン組成物、該ネオフィタジエン組成物を含む非燃焼加熱型香味吸引器、非燃焼非加熱型香味吸引器及び燃焼型香味吸引器を提供することを目的とする。

### 課題を解決するための手段

[0010] 本発明は以下の実施態様を含む。

[0011] [1] 葉たばこからネオフィタジエンを単離精製する方法であって、  
葉たばこに非プロトン性溶媒を添加して抽出操作を行い、抽出残渣を除去して抽出液（A1）を得る工程と、  
前記抽出液（A1）に酸性の水溶液を添加して液液抽出を行い、水層を除去して抽出液（B1）を得る工程と、  
前記抽出液（B1）にプロトン性溶媒を添加して液液抽出を行い、プロトン性溶媒の層を除去して抽出液（C1）を得る工程と、  
前記抽出液（C1）の溶媒を除去して乾固物（D1）を得る工程と、  
前記乾固物（D1）にプロトン性溶媒を添加して前記乾固物（D1）を溶解させ、溶液（E1）を得る工程と、  
前記溶液（E1）中に生成した沈殿物を除去して上澄み液（F1）を得る工程と、  
前記上澄み液（F1）の溶媒を非プロトン性溶媒に置換して溶液（G1）を得る工程と、  
順相系高速液体クロマトグラフィーにより、前記溶液（G1）からネオフィタジエンを単離精製する工程と、  
を含む、方法。

[0012] [2] 葉たばこからネオフィタジエンを単離精製する方法であって、  
葉たばこに非プロトン性溶媒を添加して抽出操作を行い、抽出残渣を除去して抽出液（A2）を得る工程と、  
前記抽出液（A2）に酸性の水溶液を添加して液液抽出を行い、水層を除去して抽出液（B2）を得る工程と、

前記抽出液（B 2）の溶媒を除去して乾固物（C 2）を得る工程と、  
前記乾固物（C 2）にプロトン性溶媒を添加して前記乾固物（C 2）を溶解させ、溶液（D 2）を得る工程と、  
前記溶液（D 2）中に生成した沈殿物を除去して上澄み液（E 2）を得る工程と、  
前記上澄み液（E 2）に非プロトン性溶媒を添加して液液抽出を行い、プロトン性溶媒の層を除去して溶液（F 2）を得る工程と、  
順相系高速液体クロマトグラフィーにより、前記溶液（F 2）からネオフィタジエンを単離精製する工程と、  
を含む、方法。

[0013] [3] 前記酸性の水溶液のpHが3以下である、[1]又は[2]に記載の方法。

[0014] [4] 前記非プロトン性溶媒が、ヘキサン、ヘプタン及び酢酸エチルからなる群から選択される少なくとも一種の溶媒である、[1]から[3]のいずれかに記載の方法。

[0015] [5] 前記プロトン性溶媒がメタノールである、[1]から[4]のいずれかに記載の方法。

[0016] [6] 前記葉たばこが、黄色種及びバーレー種の少なくとも一方である、[1]から[5]のいずれかに記載の方法。

[0017] [7] 前記溶液（G 1）を得る工程が、前記上澄み液（F 1）に非プロトン性溶媒を添加して液液抽出を行い、プロトン性溶媒の層を除去して前記溶液（G 1）を得る工程である、[1]に記載の方法。

[0018] [8] 前記溶液（G 1）を得る工程が、前記上澄み液（F 1）の溶媒を除去した後、非プロトン性溶媒を添加して前記溶液（G 1）を得る工程である、[1]に記載の方法。

[0019] [9] 前記単離精製により得られるネオフィタジエン組成物が、ネオフィタジエンを95質量%以上含む、[1]から[8]のいずれかに記載の方法。

[0020] [10] [1]から[9]のいずれかに記載の方法により、葉たばこからネ

オフィタジエンを単離精製してネオフィタジエン組成物を得る工程と、  
前記ネオフィタジエン組成物を基材に添加する工程と、  
前記基材を含む非燃焼加熱型香味吸引器を製造する工程と、  
を含む、非燃焼加熱型香味吸引器の製造方法。

[0021] [11] [1] から [9] のいずれかに記載の方法により、葉たばこからネオフィタジエンを単離精製してネオフィタジエン組成物を得る工程と、  
前記ネオフィタジエン組成物を基材に添加する工程と、  
前記基材を含む非燃焼非加熱型香味吸引器を製造する工程と、  
を含む、非燃焼非加熱型香味吸引器の製造方法。

[0022] [12] [1] から [9] のいずれかに記載の方法により、葉たばこからネオフィタジエンを単離精製してネオフィタジエン組成物を得る工程と、  
前記ネオフィタジエン組成物を基材に添加する工程と、  
前記基材を含む燃焼型香味吸引器を製造する工程と、  
を含む、燃焼型香味吸引器の製造方法。

[0023] [13] [1] から [9] のいずれかに記載の方法により、葉たばこからネオフィタジエンを単離精製して得られる、ネオフィタジエンを95質量%以上含むネオフィタジエン組成物。

[0024] [14] [13] に記載のネオフィタジエン組成物を含む、非燃焼加熱型香味吸引器。

[0025] [15] [13] に記載のネオフィタジエン組成物を含む、非燃焼非加熱型香味吸引器。

[0026] [16] [13] に記載のネオフィタジエン組成物を含む、燃焼型香味吸引器。

## 発明の効果

[0027] 本発明によれば、葉たばこからネオフィタジエンを高収率かつ高純度で単離精製可能な方法、該方法により得られるネオフィタジエン組成物、該ネオフィタジエン組成物を含む非燃焼加熱型香味吸引器、非燃焼非加熱型香味吸引器及び燃焼型香味吸引器を提供することができる。

## 図面の簡単な説明

- [0028] [図1]本発明の第1の実施形態に係る方法の一例を示すフローチャートである。
- 。
- [図2]本発明の第2の実施形態に係る方法の一例を示すフローチャートである。
- 。
- [図3]本実施形態に係る非燃焼加熱型香味吸引器の一例を示す模式図である。
- [図4]本実施形態に係る非燃焼加熱型香味吸引システムの一例を示す模式図である。
- [図5]本実施形態に係る非燃焼非加熱型香味吸引器の一例を示す模式図である。
- 。
- [図6]本実施形態に係る非燃焼非加熱型香味吸引器のたばこカプセルの一例を示す模式図である。
- [図7]本実施形態に係る非燃焼非加熱型香味吸引器の電源ユニットの一例を示す模式図である。
- [図8]本実施形態に係る非燃焼非加熱型香味吸引器のカートリッジの一例を示す模式図である。
- [図9]本実施形態に係る非燃焼非加熱型香味吸引器のカートリッジの一例を示す模式図である。
- [図10]本実施形態に係る燃焼型香味吸引器の一例を示す模式図である。
- [図11]参考例2における、*n*-ヘキサン溶液のGC/MSによる分析で得られたトータルイオンクロマトグラムである。
- [図12]参考例2における、酢酸エチル溶液のGC/MSによる分析で得られたトータルイオンクロマトグラムである。
- [図13]参考例2における、エタノール溶液のGC/MSによる分析で得られたトータルイオンクロマトグラムである。
- [図14]参考例2における、メタノール溶液のGC/MSによる分析で得られたトータルイオンクロマトグラムである。
- [図15]実施例1の工程B1で得られた溶液をGC/MS分析して得られたト

ータルイオンクロマトグラムである。

[図16]実施例1の工程C1で得られたヘキサン溶液をGC/MS分析して得られたトータルイオンクロマトグラムである。

[図17]実施例1の工程C1で得られたメタノール溶液をGC/MS分析して得られたトータルイオンクロマトグラムである。

[図18]実施例1の工程F1で得られた上澄み液をGC/MS分析して得られたトータルイオンクロマトグラムである。

[図19]実施例1の工程H1により、HPLCでネオフィタジエンを分画したクロマトグラムである。

[図20]実施例1で得られたネオフィタジエン組成物の溶液をGC/MS分析して得られたトータルイオンクロマトグラムである。

### 発明を実施するための形態

[0029] [葉たばこからネオフィタジエンを単離精製する方法]

#### <第1の実施形態>

本実施形態に係る葉たばこからネオフィタジエンを単離精製する方法は、以下の工程を含む。

葉たばこに非プロトン性溶媒を添加して抽出操作を行い、抽出残渣を除去して抽出液(A1)を得る工程(以下、工程A1ともいう。);

前記抽出液(A1)に酸性の水溶液を添加して液液抽出を行い、水層を除去して抽出液(B1)を得る工程(以下、工程B1ともいう。);

前記抽出液(B1)にプロトン性溶媒を添加して液液抽出を行い、プロトン性溶媒の層を除去して抽出液(C1)を得る工程(以下、工程C1ともいう。);

前記抽出液(C1)の溶媒を除去して乾固物(D1)を得る工程(以下、工程D1ともいう。);

前記乾固物(D1)にプロトン性溶媒を添加して前記乾固物(D1)を溶解させ、溶液(E1)を得る工程(以下、工程E1ともいう。);

前記溶液(E1)中に生成した沈殿物を除去して上澄み液(F1)を得る

工程（以下、工程 F 1 ともいう。）；

前記上澄み液（F 1）の溶媒を非プロトン性溶媒に置換して溶液（G 1）を得る工程（以下、工程 G 1 ともいう。）；及び

順相系高速液体クロマトグラフィーにより、前記溶液（G 1）からネオフィタジエンを単離精製する工程（以下、工程 H 1 ともいう。）。

[0030] 本実施形態に係る方法は、前記工程 A 1～H 1 を含むことで、葉たばこからネオフィタジエンを高収率かつ高純度で単離精製することができる。通常順相系高速液体クロマトグラフィーでは、ネオフィタジエンとニコチンを完全に分離することはできないため、ネオフィタジエンを高収率かつ高純度で単離精製することは困難である。しかし、本実施形態に係る方法では、特に、工程 A 1 により葉たばこから得られる抽出液に対して、最初に工程 B 1 を実施し、酸性の水溶液の添加及び水層除去を行うことで、前記抽出液に含まれる、ニコチンを主成分とするアルカロイド類を分離する。これにより、最初にニコチン等が除去されるため、単離精製されるネオフィタジエンの収率及び純度を効率的に向上させることができる。さらに、工程 D 1 により抽出液（C 1）の溶媒を取って除去して乾固物（D 1）を得た後、工程 E 1 によりプロトン性溶媒を添加して前記乾固物（D 1）を再度溶解させ、得られる溶液（E 1）中に生成した沈殿物（高級炭化水素）を工程 F 1 により除去することで、高級炭化水素を効率的に分離できる。これにより、単離精製されるネオフィタジエンの収率及び純度をより効率的に向上させることができる。以下、工程 A 1～H 1 の詳細について説明するが、本実施形態に係る方法は工程 A 1～H 1 以外の他の工程を含んでもよい。本実施形態に係る方法の一例のフローチャートを図 1 に示す。

[0031] （工程 A 1）

本工程では、葉たばこに非プロトン性溶媒を添加して抽出操作を行い、抽出残渣を除去して抽出液（A 1）を得る。本工程により、葉たばこに含まれるネオフィタジエンを含む有効成分を抽出液（A 1）中に抽出することができる。

[0032] 葉たばこの種類としては特に限定されないが、例えば黄色種、バーレー種、オリエント種、在来種、その他のニコチアナータバカム系品種、ニコチアナルスチカ系品種等が挙げられる。これらの葉たばこの品種は一種を用いてもよく、二種以上を併用してもよい。これらの中でも、ネオフィタジエンを多く含む観点から、黄色種及びバーレー種からなる群から選択される少なくとも一種の葉たばこが好ましく、黄色種がより好ましい。葉たばこの形態としては特に限定されないが、抽出効率向上の観点から、細粉状の葉たばこであることが好ましい。なお、葉たばことして、葉たばこの膨化工程から不要物として排出される固形物や、葉たばこの原料工場から排出される葉たばこ細粉を利用してもよい。

[0033] 抽出溶媒である非プロトン性溶媒としては、ネオフィタジエンをより選択的に抽出できる観点から、ヘキサン、ヘプタン及び酢酸エチルからなる群から選択される少なくとも一種の溶媒であることが好ましく、ヘキサンがより好ましい。非プロトン性溶媒の添加量としては、葉たばこ100質量部に対して非プロトン性溶媒500～2000質量部であることが好ましく、750～1250質量部であることがより好ましい。抽出操作は葉たばこを含む非プロトン性溶媒を攪拌等することで行うことができる。抽出温度は15～40℃であることが好ましく、抽出時間は1～6時間であることが好ましい。抽出残渣の除去は、例えばステンレス製メッシュを用いて抽出液(A1)と抽出残渣とを分離することで行うことができる。

[0034] (工程B1)

本工程では、前記工程A1により得られた抽出液(A1)に酸性の水溶液を添加して液液抽出を行い、水層を除去して抽出液(B1)を得る。本工程により、ニコチンを主成分とするアルカロイド類は水層に移行し、ネオフィタジエン等の葉たばこの疎水性有効成分は有機層に留まるため、ニコチンを主成分とするアルカロイド類を選択的に分離除去することができる。

[0035] 本実施形態において、酸性の水溶液とはpHが7未満の水溶液を示す。酸性の水溶液は、例えば硫酸、塩酸等のpH調整剤を含む水溶液であることが

できる。酸性の水溶液のpHは、ニコチンを代表とするアルカロイド類が水層により移行しやすくなる観点から、3以下であることが好ましく、1～3であることがより好ましい。なお、本明細書において水溶液のpHはpHメーター（例えば商品名：卓上型pHメーター、HORIBA製）にて測定される値である。

[0036] 酸性の水溶液の添加量としては、酸性の水溶液のpHにもよるが、抽出液（A1）と酸性の水溶液との体積比（抽出液（A1）：酸性の水溶液）が50～500：100であることが好ましく、200～400：100であることがより好ましい。液液抽出操作は混合液を振とう等することで行うことができる。抽出温度は15～40℃であることが好ましく、抽出時間は0.5～3時間であることが好ましい。また、液液抽出を行う際に混合液に塩化ナトリウム等の塩を添加してもよい。水層を分離除去して得られる抽出液（B1）に無水硫酸ナトリウム等の乾燥剤を添加して、抽出液（B1）内の脱水操作を行ってもよい。

[0037] （工程C1）

本工程では、前記工程B1により得られた抽出液（B1）にプロトン性溶媒を添加して液液抽出を行い、プロトン性溶媒の層を除去して抽出液（C1）を得る。本工程により、センブラトリエンジオール（CBT）を主成分とする葉たばこの葉面樹脂成分はプロトン性溶媒の層に、ネオフィタジエンや高級炭化水素は非プロトン性溶媒の層にそれぞれ移行するため、CBTを主成分とする葉たばこの葉面樹脂成分を選択的に分離除去することができる。

[0038] プロトン性溶媒としては、CBTを主成分とする葉たばこの葉面樹脂成分をより選択的に抽出除去できる観点から、メタノールが好ましい。プロトン性溶媒の添加量としては、抽出液（B1）とプロトン性溶媒との体積比（抽出液（B1）：プロトン性溶媒）が100：15～100であることが好ましく、100：40～60であることがより好ましい。液液抽出操作は混合液を振とう等することで行うことができる。抽出温度は15～40℃であることが好ましく、抽出時間は3～8時間であることが好ましい。また、CB

Tを主成分とする葉たばこの葉面樹脂成分をさらに除去する観点から、本工程を2回以上繰り返し行ってもよい。

[0039] (工程D1)

本工程では、前記工程C1により得られた抽出液(C1)の溶媒を除去して、乾固物(D1)を得る。抽出液(C1)の溶媒(非プロトン性溶媒)を除去する方法としては特に限定されないが、例えば減圧下で抽出液(C1)から溶媒を除去することができる。

[0040] (工程E1)

本工程では、前記工程D1により得られた乾固物(D1)にプロトン性溶媒を添加して、前記乾固物(D1)を溶解させ、溶液(E1)を得る。プロトン性溶媒としては、高級炭化水素が溶解しにくく、ネオフィタジエンが溶解しやすい観点から、メタノールが好ましい。プロトン性溶媒の添加量としては、乾固物(D1)100質量部に対してプロトン性溶媒750~2500質量部であることが好ましく、1000~1500質量部であることがより好ましい。乾固物(D1)をプロトン性溶媒に溶解させる方法としては、特に限定されないが、例えば溶液を超音波にかけることで乾固物(D1)を分散、溶解させることができる。なお、乾固物(D1)はプロトン性溶媒中に完全に溶解する必要はなく、少なくとも一部が溶解すればよい。

[0041] (工程F1)

本工程では、前記工程E1により得られた溶液(E1)中に生成した沈殿物を除去して、上澄み液(F1)を得る。本工程により、沈殿物として高級炭化水素を選択的に分離除去することができる。沈殿物は溶液(E1)を静置することで生成させることができる。静置は例えば0~30℃で1~12時間行うことができる。

[0042] (工程G1)

本工程では、前記工程F1により得られた上澄み液(F1)の溶媒を非プロトン性溶媒に置換して溶液(G1)を得る。本工程は、上澄み液(F1)の溶媒(プロトン性溶媒)を非プロトン性溶媒に置換できればその方法は特

に限定されないが、例えば上澄み液（F1）に非プロトン性溶媒を添加して液液抽出を行い、プロトン性溶媒の層を除去することで、溶液（G1）を得ることができる。また、上澄み液（F1）の溶媒を除去した後、非プロトン性溶媒を添加して溶液（G1）を得てもよい。

[0043] （工程H1）

本工程では、順相系高速液体クロマトグラフィー（順相系HPLC）により、前記工程G1により得られた溶液（G1）からネオフィタジエンを単離精製する。HPLCとしては特に限定されないが、例えば市販品では、1260 Infinity（商品名、アジレント・テクノロジー社製）を用いることができる。前記HPLCを用いる場合、例えば以下の条件で分離操作を行うことができる。

- ・カラム：YMC社製 YMC-Pack SIL/S-5 $\mu$ m/12nm
- ・移動相：Hex（2min）→Hex：AcOEt（95：5）（1min）→Hex（12min）
- ・流量：7mL/min
- ・検出器：ダイオードアレイ検出器（220nm）
- ・サンプル注入量：500 $\mu$ L

[0044] 上記条件で分離後、220nmで検出されるシグナルをフラクションコレクターに分画し、分画したフラクションを回収し、得られたサンプルを濃縮、乾固することで、ネオフィタジエンを単離精製することができる。本実施形態に係る方法ではネオフィタジエンを高収率で得ることができ、かつ、単離精製により得られるネオフィタジエン組成物は、ネオフィタジエンを95質量%以上含む。

[0045] <第2の実施形態>

本実施形態に係る葉たばこからネオフィタジエンを単離精製する方法は、以下の工程を含む。

葉たばこに非プロトン性溶媒を添加して抽出操作を行い、抽出残渣を除去して抽出液（A2）を得る工程（以下、工程A2ともいう。）；

前記抽出液（A 2）に酸性の水溶液を添加して液液抽出を行い、水層を除去して抽出液（B 2）を得る工程（以下、工程B 2ともいう。）；

前記抽出液（B 2）の溶媒を除去して乾固物（C 2）を得る工程（以下、工程C 2ともいう。）；

前記乾固物（C 2）にプロトン性溶媒を添加して前記乾固物（C 2）を溶解させ、溶液（D 2）を得る工程（以下、工程D 2ともいう。）；

前記溶液（D 2）中に生成した沈殿物を除去して上澄み液（E 2）を得る工程（以下、工程E 2ともいう。）；

前記上澄み液（E 2）に非プロトン性溶媒を添加して液液抽出を行い、プロトン性溶媒の層を除去して溶液（F 2）を得る工程（以下、工程F 2ともいう。）；

順相系高速液体クロマトグラフィーにより、前記溶液（F 2）からネオフィタジエンを単離精製する工程（以下、工程G 2ともいう。）。

[0046] 本実施形態に係る方法は、前記工程A 2～G 2を含むことで、葉たばこからネオフィタジエンを高純度で単離精製することができる。本実施形態に係る方法では、特に、工程A 2により葉たばこから得られる抽出液に対して、最初に工程B 2を実施し、酸性の水溶液の添加及び水層除去を行うことで、前記抽出液に含まれる、ニコチンを主成分とするアルカロイド類を分離する。これにより、最初にニコチン等が除去されるため、単離精製されるネオフィタジエンの収率及び純度を効率的に向上させることができる。さらに、工程C 2により抽出液（B 2）の溶媒を敢えて除去して乾固物（C 2）を得た後、工程D 2によりプロトン性溶媒を添加して前記乾固物（C 2）を再度溶解させ、得られる溶液（D 2）中に生成した沈殿物（高級炭化水素）を工程E 2により除去することで、高級炭化水素を効率的に分離できる。これにより、単離精製されるネオフィタジエンの収率及び純度をより効率的に向上させることができる。以下、工程A 2～G 2の詳細について説明するが、本実施形態に係る方法は工程A 2～G 2以外の他の工程を含んでもよい。本実施形態に係る方法の一例のフローチャートを図2に示す。

## [0047] (工程 A 2、B 2)

工程 A 2、B 2 は、第 1 の実施形態における工程 A 1、B 1 と同様に実施することができる。

## [0048] (工程 C 2)

本工程では、前記工程 B 2 で得られた抽出液 (B 2) の溶媒を除去して乾固物 (C 2) を得る。抽出液 (B 2) の溶媒 (非プロトン性溶媒) を除去する方法としては特に限定されないが、例えば減圧下で抽出液 (B 2) から溶媒を除去することができる。

## [0049] (工程 D 2)

本工程では、前記工程 C 2 で得られた乾固物 (C 2) にプロトン性溶媒を添加して、前記乾固物 (C 2) を溶解させ、溶液 (D 2) を得る。プロトン性溶媒としては、高級炭化水素が溶解しにくく、ネオフィタジエンが溶解しやすい観点から、メタノールが好ましい。プロトン性溶媒の添加量としては、乾固物 (C 2) 100 質量部に対してプロトン性溶媒 500~2500 質量部であることが好ましく、750~1500 質量部であることがより好ましい。乾固物 (C 2) をプロトン性溶媒に溶解させる方法としては、特に限定されないが、例えば溶液を超音波にかけることで乾固物 (C 2) を分散、溶解させることができる。なお、乾固物 (C 2) はプロトン性溶媒中に完全に溶解する必要はなく、少なくとも一部が溶解すればよい。

## [0050] (工程 E 2)

本工程では、前記工程 D 2 で得られた溶液 (D 2) 中に生成した沈殿物を除去して上澄み液 (E 2) を得る。本工程により、沈殿物として高級炭化水素を選択的に分離除去することができる。沈殿物は溶液 (D 2) を静置することで生成させることができる。静置は例えば 15~40℃で 3~8 時間行うことができる。

## [0051] (工程 F 2)

本工程では、前記工程 E 2 で得られた上澄み液 (E 2) に非プロトン性溶媒を添加して液液抽出を行い、プロトン性溶媒の層を除去して溶液 (F 2)

を得る。本工程により、センブラトリエンジオール（C B T）を主成分とする葉たばこの葉面樹脂成分はプロトン性溶媒の層に、ネオフィタジエンは非プロトン性溶媒の層にそれぞれ移行するため、C B Tを主成分とする葉たばこの葉面樹脂成分を選択的に分離除去することができる。

[0052] 非プロトン性溶媒としては、ネオフィタジエンをより選択的に抽出できる観点から、ヘキサン、ヘプタン及び酢酸エチルからなる群から選択される少なくとも一種の溶媒であることが好ましく、ヘキサンがより好ましい。非プロトン性溶媒の添加量としては、上澄み液（E 2）と非プロトン性溶媒との体積比（上澄み液（E 2）：非プロトン性溶媒）が15～100：100であることが好ましく、40～60：100であることがより好ましい。液液抽出操作は混合液を振とう等することで行うことができる。抽出温度は0～30℃であることが好ましく、抽出時間は3～12時間であることが好ましい。また、C B Tを主成分とする葉たばこの葉面樹脂成分をさらに除去する観点から、本工程を2回以上繰り返し行ってもよい。

[0053] （工程G 2）

工程G 2は、第1の実施形態における工程H 1と同様に実施することができる。本実施形態に係る方法では、第1の実施形態と同様に、ネオフィタジエンを高収率で得ることができ、かつ、単離精製により得られるネオフィタジエン組成物は、ネオフィタジエンを95質量%以上含む。

[0054] [ネオフィタジエン組成物]

本実施形態に係るネオフィタジエン組成物は、前述した本実施形態に係る葉たばこからネオフィタジエンを単離精製する方法より得られ、ネオフィタジエンを95質量%以上含む。該ネオフィタジエン組成物は、ネオフィタジエンを97質量%以上含むことが好ましく、99質量%以上含むことがより好ましい。なお、ネオフィタジエン組成物中のネオフィタジエンの含有量（純度）は、GCにより測定される値である。また、本実施形態に係る方法で得られるネオフィタジエン組成物に含まれるネオフィタジエン以外の成分は、主に葉たばこ由来の種々の成分であり、これらは微量しか含まれないため

同定は困難である。

[0055] [非燃焼加熱型香味吸引器及びその製造方法]

本実施形態に係る非燃焼加熱型香味吸引器の製造方法は、本実施形態に係る方法により、葉たばこからネオフィタジエンを単離精製してネオフィタジエン組成物を得る工程と、前記ネオフィタジエン組成物を基材に添加する工程と、前記基材を含む非燃焼加熱型香味吸引器を製造する工程と、を含む。また、本実施形態に係る非燃焼加熱型香味吸引器は、本実施形態に係るネオフィタジエン組成物を含む。本実施形態に係る非燃焼加熱型香味吸引器の製造方法は、本実施形態に係る方法によりネオフィタジエン組成物を得るため、効率よく葉たばこからネオフィタジエンを単離精製でき、効率よく良好な香味を提供可能な非燃焼加熱型香味吸引器を製造できる。また、本実施形態に係る非燃焼加熱型香味吸引器は、本実施形態に係る方法により得られるネオフィタジエン組成物を含むため、良好な香味を提供できる。

[0056] (基材)

本実施形態に係る非燃焼加熱型香味吸引器の製造方法において、ネオフィタジエン組成物を添加する基材としては、たばこ材料が挙げられる。たばこ材料としては、たばこシート、たばこ刻、巻紙、多糖類シート等が挙げられる。

[0057] (1) たばこシート

たばこシートは、熟成済たばこ葉などを含む組成物を、成形して得られるシートである。たばこシートに使用される熟成済たばこ葉は、特に限定されないが、例えば、除骨され、ラミナと中骨に分離されたものを挙げることができる。熟成済たばこ葉とは、キュアリング等の処理および倉庫等での長期保管を経たたばこ葉をいう。本実施形態において「シート」とは、略平行な1対の主面と側面を有する材料をいう。たばこシートは、抄造法、キャスト法、圧延法等の公知の方法で成形することができる。このような方法で成形された各種たばこシートについては、「たばこの事典、たばこ総合研究センター、2009. 3. 31」に詳細が開示されている。たばこシートに本実

施形態に係るネオフィタジエン組成物を添加する態様は限定されない。

[0058] 例えば、本実施形態に係るネオフィタジエン組成物を溶媒に溶解して溶液状のたばこ用香味剤を調製して、これを完成したたばこシートに噴霧するまたは含浸させてもよいし、たばこシートを成形する際に本実施形態に係るネオフィタジエン組成物を添加してもよい。例えば、抄造法では、熟成済たばこ葉から水溶性成分を抽出して水抽出物と残渣に分離し、繊維化された残渣とパルプの混合物を抄紙し、抄紙したシートに水抽出物の濃縮液を添加する工程を経るが、水抽出物に本実施形態に係るネオフィタジエン組成物を添加することができる。キャスト法では、水とパルプとバインダーと熟成済たばこの粉碎物を混合して混合物とし、これをキャストする工程を経るが、この混合物に本実施形態に係るネオフィタジエン組成物を添加することができる。圧延法では、水とパルプとバインダーと熟成済たばこの粉碎物を混合して混合物とし、これを複数の圧延ローラーに投入して圧延する工程を経るが、この混合物に本実施形態に係るネオフィタジエン組成物を添加することができる。

[0059] さらに、国際公開第2014/104078号に記載されているように、熟成済たばこの粉碎物とバインダーを混合して混合物とし、当該混合物を不織布によって挟み、当該積層物を熱溶着によって一定形状に成形することで、不織布状のたばこシートを得ることができる。この方法においては、前記混合物に本実施形態に係るネオフィタジエン組成物を添加することができる。

[0060] たばこシートはエアロゾル生成基材を含んでいてもよい。エアロゾル生成基材の種類は、特に限定されず、用途に応じて種々の天然物からの抽出物質またはそれらの構成成分を選択することができる。エアロゾル生成基材の具体例としては、グリセリン、プロピレングリコール、ソルビトール、キシリトール、エリスリトール等の多価アルコール、トリアセチン、1,3-ブタンジオール、およびこれらの混合物を挙げることができる。エアロゾル生成基材の含有量は、たばこ製品で利用される形態により様々な量に調整するこ

とができる。例えば、たばこシートにエアロゾル生成基材が含まれる場合、その含有量は、良好な香味を得るという観点から、たばこシートの全質量に対して、通常5質量%以上であり、好ましくは10質量%以上であり、より好ましくは15質量%以上であり、また、通常50質量%以下であり、好ましくは40質量%以下であり、より好ましくは25質量%以下である。

[0061] (2) たばこ刻

たばこ刻として、熟成済たばこ葉を所定の大きさに刻んだもの、前述のたばこシートを所定の大きさに刻んだもの、またはこれらを混合したものを挙げることができる。その大きさは限定されず、一例として、幅0.5~2.0mm、長さ3~10mmのものが挙げられる。このような大きさのたばこ刻は、後述する被充填物に充填する態様において好ましい。この他に、たばこ刻として、加工済たばこ葉を、幅を0.5~2.0mm、長さを前述のたばこ刻よりも長く、好ましくは巻紙と同程度の長さとなるように刻んだ、ストランドタイプ刻を挙げることができる。本実施形態に係るネオフィタジエン組成物は、たばこ刻に添加されてもよいし、裁刻前の原料に添加されてもよい。

[0062] たばこ刻は前記エアロゾル生成基材を含んでいてもよい。たばこ刻中にエアロゾル生成基材が含まれる場合、その含有量は、十分な量のエアロゾルを生成させるとともに、良好な香味を得るという観点から、たばこ刻の質量に対して、通常5質量%以上であり、好ましくは10質量%以上であり、より好ましくは15質量%以上であり、また、通常50質量%以下であり、好ましくは40質量%以下であり、より好ましくは25質量%以下である。

[0063] (3) 巻紙

本実施形態に係るネオフィタジエン組成物を溶媒に溶解して溶液状のたばこ用香味剤を調製して、これを巻紙に噴霧、含浸させる等によって、該ネオフィタジエン組成物を含む巻紙を調製できる。巻紙としては、例えば、パルプが主成分のものを挙げることができる。パルプとしては、針葉樹パルプや広葉樹パルプなどの木材パルプで抄造される以外にも、亜麻パルプ、大麻パ

ルプ、サイザル麻パルプ、エスパルトなど一般的にたばこ物品用の巻紙に使用される非木材パルプを混抄して製造して得たものでもよい。これらのパルプは、単独の種類で用いてもよく、複数の種類を任意の割合で組み合わせて用いてもよい。また、巻紙は一枚で構成されていてもよいが、複数枚以上で構成されていてもよい。巻紙は、たばこ刻み等のたばこ原料を巻装する態様で使用されてもよく、また、この巻装された部材を冷却部材やフィルター部材等の他の部材と共に巻装する材料（例えば、チップペーパー）として用いることもできる。パルプとしては、クラフト蒸解法、酸性・中性・アルカリ亜硫酸塩蒸解法、ソーダ塩蒸解法等による化学パルプ、グランドパルプ、ケミグランドパルプ、サーモメカニカルパルプ等を使用できる。

[0064] (4) 多糖類シート

多糖類シートとは多糖類を主成分とするシートであり、本実施形態に係るネオフィタジエン組成物を多糖類シートに含有させることができる。本実施形態に係るネオフィタジエン組成物を含有する多糖類シートを用いた非燃焼加熱型香味吸引器は、良好な香味を放出させることができる。多糖類としては、カラギーナン、寒天、ゲランガム、タマリンドガム、サイリウムシードガム、コンニャクグルコマンナン、カラギーナン、ローカストビーンガム、グアーガム、寒天、キサントガム、ゲランガム、タマリンドガム、タラガム、コンニャクグルコマンナン、デンプン、カシアガム。およびサイリウムシードガム等が挙げられる。

[0065] 本実施形態に係るネオフィタジエン組成物を含有する多糖類シートは、非燃焼加熱型香味吸引器、および後述する非燃焼非加熱型香味吸引器、燃焼型香味吸引器に用いることができる。燃焼型香味吸引器の態様においては、例えば特許5481574号に開示されているような多糖類シートを用いることができる。本態様において、本実施形態に係るネオフィタジエン組成物の含有量は当該シートに対して0.01～30質量%とすることができる。当該多糖類シートは、多糖類と水とを混合、加熱して多糖類の水溶液を調製し、当該水溶液に香料と乳化剤を加えて混練・乳化させる方法で調製できる。

乳化剤としては公知のものを使用できる。

[0066] 非燃焼加熱型香味吸引器の態様においては、PCT/JP2019/20136に記載されているような多糖類シートを用いることができる。本態様においては、多糖類として寒天を用いることが特に好ましい。寒天の含有量は、当該シートに対して好ましくは10～50質量%、より好ましくは15～45質量%である。また、当該多糖類シートにおける本実施形態に係るネオフィタジエン組成物は、当該シートに対して0.01～30質量%とすることができる。

[0067] 本態様においては、糖および糖アルコールからなる群より選択される糖類化合物を用いることが好ましい。「糖」としては、例えば、グルコース、スクロース、フルクトース、キシロース、ガラクトース、マンノース、マルトース、トレハロース、ラクトース、ラフィノースが挙げられる。「糖アルコール」としては、糖のカルボニル基を水酸基に還元して得られるアルコールであるソルビトールが挙げられる。当化合物の含有量は、寒天に対して、好ましくは10質量%以上、より好ましくは10～500質量%、さらに好ましくは10～300質量%、よりさらに好ましくは10～200質量%である。また、本態様においては乳化剤を用いることが好ましい。乳化剤としては公知のものを使用でき、その含有量は寒天の質量に対して、好ましくは0.5～10質量%、より好ましくは1.0～8.0質量%である。

[0068] 本態様における多糖類シートは、寒天、糖類化合物、香料、および乳化剤を含む原料を水中で混練して原料スラリーを調製し、原料スラリーを基材上に伸展させ、乾燥させることにより製造することができる。

[0069] (非燃焼加熱型香味吸引器)

本実施形態において、「香味吸引器」とは使用者が香味を吸引するための物品をいう。香味吸引器は、燃焼によって香味を発生させる「燃焼型香味吸引器」と、燃焼させずに香味を発生させる「非燃焼型香味吸引器」に大別される。さらに、非燃焼型香味吸引器は、加熱によって香味を発生させる「非燃焼加熱型香味吸引器」と、加熱せずに香味を発生させる「非燃焼非加熱型

香味吸引器」に大別される。また、エアロゾルを発生させるためのデバイス（加熱装置または霧化装置等）と、非燃焼加熱型香味吸引器との組合せを、特に非燃焼加熱型香味吸引システムともいう。

[0070] 図3に本実施形態に係る非燃焼加熱型香味吸引器の一態様を示す。図3に示すように、非燃焼加熱型香味吸引器20は、たばこロッド部20Aと、周上に穿孔を有する筒状の冷却部20Bと、フィルター部20Cと、を備える。非燃焼加熱型香味吸引器20は、これ以外の部材を有していてもよい。非燃焼加熱型香味吸引器20の軸方向の長さは限定されないが、40～90mmであることが好ましく、50～75mmであることがより好ましく、50～60mm以下であることがさらに好ましい。また、非燃焼加熱型香味吸引器20の周の長さは16～25mmであることが好ましく、20～24mmであることがより好ましく、21～23mmであることがさらに好ましい。例えば、たばこロッド部20Aの長さは20mm、冷却部20Bの長さは20mm、フィルター部20Cの長さは7mmである態様を挙げることができる。これら個々の部材長さは、製造適性、要求品質等に応じて、適宜変更できる。図3には、第1セグメント25を配置した態様を示すが、これを配置せずに、冷却部20Bの下流側に第2セグメント26のみを配置してもよい。

[0071] (1) たばこロッド部20A

たばこロッド部20Aには、たばこ充填物21として、本実施形態に係るネオフィタジエン組成物を含むたばこ刻またはたばこシートを用いることができる。たばこ充填物21を巻紙22内に充填する方法は特に限定されないが、例えばたばこ充填物21を巻紙22で包んでもよく、筒状の巻紙22内にたばこ充填物21を充填してもよい。たばこの形状が矩形状のように長手方向を有する場合、当該長手方向が巻紙22内でそれぞれ不特定方向となるように充填されていてもよく、たばこロッド部20Aの軸方向に整列またはこれに直交する方向に整列させて充填されていてもよい。また、巻紙22として、前述の本実施形態に係るネオフィタジエン組成物を含む巻紙を用い

することもできる。たばこロッド部20Aが加熱されることにより、たばこ充填物21に含まれるたばこ成分、エアロゾル生成基材および水が気化し、吸引に供される。

[0072] (2) 冷却部20B

冷却部20Bは筒状部材で構成されることが好ましい。筒状部材は例えば厚紙を円筒状に加工した紙管23であってもよい。また、冷却部20Bは、チャンネルを形成するために、しわ付けされ、次いでひだ付け、ギャザー付け、または折畳まれた薄い材料のシートによって形成されてもよい。このような材料として、例えば、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリ塩化ビニル、ポリエチレンテレフタレート、ポリ乳酸、酢酸セルロース、およびアルミニウム箔から構成される群から選択されたシート材料を用いることができる。冷却部20Bの全表面積は冷却効率を考慮して適宜調製されるが、例えば、 $300\sim 1000\text{ mm}^2/\text{mm}$ とすることができる。冷却部20Bには、好ましくは穿孔24が設けられる。穿孔24の存在により、吸引時に外気が冷却部20B内に導入される。これにより、たばこロッド部20Aが加熱されることで生成したエアロゾル気化成分が外気と接触し、その温度が低下するため液化し、エアロゾルが形成される。穿孔24の径（差し渡し長さ）は特に限定されないが、例えば $0.5\sim 1.5\text{ mm}$ であってもよい。穿孔24の数は特に限定されず、1つでも2つ以上でもよい。例えば穿孔24は冷却部20Bの周上に複数設けられていてもよい。

[0073] 冷却部20Bは、その軸方向の長さが例えば $7\sim 28\text{ mm}$ のロッド形状とすることができる。例えば、冷却部20Bの軸方向の長さは $18\text{ mm}$ とすることができる。冷却部20Bは、その軸方向断面形状として実質的に円形であり、直径を $5\sim 10\text{ mm}$ とすることができる。例えば、冷却部の直径は、約 $7\text{ mm}$ とすることができる。

[0074] (3) フィルター部20C

フィルター部20Cの構成は特に限定されないが、単数または複数の充填層から構成されてよい。充填層の外側は一枚または複数枚の巻紙で巻装され

てよい。フィルタ一部20Cの通気抵抗は、フィルタ一部20Cに充填される充填物の量、材料等により適宜変更することができる。例えば、充填物が酢酸セルロース繊維である場合、フィルタ一部20Cに充填される酢酸セルロース繊維の量を増加させれば、通気抵抗を増加させることができる。充填物が酢酸セルロース繊維である場合、酢酸セルロース繊維の充填密度は0.13~0.18 g/cm<sup>3</sup>であることができる。前記通気抵抗は通気抵抗測定器（商品名：SODIMAX、SODIM製）により測定される値である。

[0075] フィルタ一部20Cの周の長さは特に限定されないが、16~25 mmであることが好ましく、20~24 mmであることがより好ましく、21~23 mmであることがさらに好ましい。フィルタ一部20Cの軸方向（図3の水平方向）の長さは4~10 mmで選択可能であり、その通気抵抗が15~60 mmH<sub>2</sub>O/segとなるように選択される。フィルタ一部20Cの軸方向の長さは5~9 mmが好ましく、6~8 mmがより好ましい。フィルタ一部20Cの断面の形状は特に限定されないが、例えば円形、楕円形、多角形等であることができる。またフィルタ一部20Cには香料を含んだ破壊性カプセル、香料ビーズ、香料を直接添加していてもよい。

[0076] フィルタ一部20Cは第1セグメント25としてセンターホール部を備えていてもよい。センターホール部は1つまたは複数の中空部を有する第1充填層25aと、当該充填層を覆うインナープラグラッパー（内側巻紙）25bとで構成される。センターホール部は、マウスピース部の強度を高める機能を有する。センターホール部はインナープラグラッパー25bを持たず、熱成型によってその形が保たれていてもよい。第1充填層25aは、例えば酢酸セルロース繊維が高密度で充填されトリアセチンを含む可塑剤が酢酸セルロース質量に対して、6~20質量%添加されて硬化された内径φ5.0~φ1.0 mmのロッドとすることができる。第1充填層25aは繊維の充填密度が高いため、吸引時は、空気やエアロゾルは中空部のみを流れることになり、第1充填層25a内はほとんど流れない。センターホール部の第1の充填層25aが繊維充填層であることから、使用時の外側からの触り心地

は、使用者に違和感を生じさせることが少ない。フィルター部20Cは第2セグメント26を備えていてもよい。第2セグメント26は第2充填層26aと当該充填層を覆うインナープラグラッパー（内側巻紙）26bとで構成される。

[0077] 第1セグメント25と第2セグメント26とはアウタープラグラッパー（外側巻紙）27で接続されている。アウタープラグラッパー27は、例えば円筒状の紙であることができる。また、たばこロッド部20Aと、冷却部20Bと、接続済みの第1セグメント25と第2セグメント26とは、マウスピースライニングペーパー28により接続されている。これらの接続は、例えばマウスピースライニングペーパー28の内側面に酢酸ビニル系糊等の糊を塗り、前記3つの部材を巻くことで接続することができる。これらの部材は複数のライニングペーパーで複数回に分けて接続されていてもよい。

[0078] （非燃焼加熱型香味吸引システム）

本実施形態に係る非燃焼加熱型香味吸引システムの一例を図4に示す。図4中、非燃焼加熱型香味吸引システムは、非燃焼加熱型香味吸引器20と、たばこロッド部20Aを外側から加熱する加熱デバイス10とを備える。

[0079] 加熱デバイス10は、ボディ11と、ヒーター12と、金属管13と、電池ユニット14と、制御ユニット15とを備える。ボディ11は筒状の凹部16を有し、これに挿入されるたばこロッド部20Aと対応する位置に、ヒーター12と金属管13が配置されている。ヒーター13は電気抵抗によるヒーターであることができ、温度制御を行う制御ユニット15からの指示により電池ユニット14より電力が供給され、ヒーター12の加熱が行われる。ヒーター12から発せられた熱は、熱伝導度の高い金属管13を通じてたばこロッド部20Aへ伝えられる。図4には、加熱デバイス10はたばこロッド部20Aを外側から加熱する態様を示したが、内側から加熱するものであってもよい。加熱デバイス10による加熱温度は特に限定されないが、400℃以下であることが好ましく、150～400℃であることがより好ましく、200～350℃であることがさらに好ましい。加熱温度とは加熱デ

バイス10のヒーター12の温度を示す。

[0080] [非燃焼非加熱型香味吸引器及びその製造方法]

本実施形態に係る非燃焼非加熱型香味吸引器の製造方法は、本実施形態に係る方法により、葉たばこからネオフィタジエンを単離精製してネオフィタジエン組成物を得る工程と、前記ネオフィタジエン組成物を基材に添加する工程と、前記基材を含む非燃焼非加熱型香味吸引器を製造する工程と、を含む。また、本実施形態に係る非燃焼非加熱型香味吸引器は、本実施形態に係るネオフィタジエン組成物を含む。本実施形態に係る非燃焼非加熱型香味吸引器の製造方法は、本実施形態に係る方法によりネオフィタジエン組成物を得るため、効率よく葉たばこからネオフィタジエンを単離精製でき、効率よく良好な香味を提供可能な非燃焼非加熱型香味吸引器を製造できる。また、本実施形態に係る非燃焼非加熱型香味吸引器は、本実施形態に係る方法により得られるネオフィタジエン組成物を含むため、良好な香味を提供できる。

[0081] 本実施形態に係る非燃焼非加熱型香味吸引器の製造方法における、ネオフィタジエン組成物を基材に添加する方法は、前述した非燃焼加熱型香味吸引器の製造方法と同様であることができる。

[0082] 図5は、本実施形態に係る非燃焼非加熱型香味吸引器の一態様を示す。非燃焼非加熱型香味吸引器30は、電源ユニット30Dと、カートリッジ30Eと、たばこカプセル30Fとを有する。非燃焼非加熱型香味吸引器30は、非吸口端u（上流）から吸口端d（下流）へ向かって延びる形状を有する。カートリッジ30Eは、電源ユニット30Dに対して着脱可能である。また、たばこカプセル30Fは、カートリッジ30Eに対して着脱可能である。

[0083] (1) たばこカプセル

図6はたばこカプセル30Fの一例を示す。図6に示すように、たばこカプセル30Fは、たばこロッド部であり、香味源300を内部に有する。香味源300は、本実施形態に係るネオフィタジエン組成物を含むたばこ材料を含む。たばこカプセル30Fは、カートリッジ30Eに接続される。具体

的には、たばこカプセル30Fの一部は、カートリッジ30E内に收容される。

[0084] たばこカプセル30Fは、香味源300を收容する收容体310と、メッシュ体320と、不織布330と、キャップ340とを有する。後述する霧化部220によって霧化されたエアロゾルは、メッシュ体320を通じて收容体310内に導入され、香味源300に接触することでエアロゾルに香味が付与される。その後、エアロゾルは不織布330を通じて使用者に吸引される。このように、非燃焼非加熱型香味吸引器30では、香味源300を加熱せずにエアロゾルに香味を付与できる。また、香味源300からは実質的にエアロゾルは発生しない。

[0085] エアロゾルの流れ方向において、たばこカプセル30F（收容体310）の長さは40mm以下であることが好ましく、25mm以下であることがより好ましい。また、エアロゾルの流れ方向において、前記長さは1mm以上であることが好ましく、5mm以上であることがより好ましい。エアロゾルの流れ方向と直交する方向において、たばこカプセル30F（收容体310）の收容体310の最大長さは20mm以下であることが好ましく、10mm以下であることがより好ましい。また、エアロゾルの流れ方向と直交する方向において、たばこカプセル30F（收容体310）の最大長さは1mm以上であることが好ましく、3mm以上であることがより好ましい。

[0086] たばこを含む香味源300は、エアロゾルに香味を付与する原料片によって構成される。原料片のサイズの下限は、0.2~1.2mmであることが好ましく、0.2~0.7mmであることがより好ましい。香味源300を構成する原料片のサイズが小さいほど、比表面積が増大するため、香味成分が放出されやすい。香味源300を構成する原料片としては、本実施形態に係るネオフィタジエン組成物を含む刻みたばこ、または本実施形態に係るネオフィタジエン組成物を含むたばこ材料を粒状に成形した成形体等を用いることができる。香味源300は、たばこ以外の植物（例えば、ミント、ハーブ等）やメントールなどの香料を含んでいてもよい。さらに、たばこを含む

香味源300は呈味料を含んでいてもよい。呈味料としては、例えば、甘味、酸味、塩味、旨味、苦味、渋味、こく味、辛味、えぐ味、収れん味などを呈する素材が挙げられる。甘味を呈する素材は、例えば、糖類、糖アルコール、甘味料などが挙げられる。糖類は、例えば、単糖類、二糖類、オリゴ糖、多糖類などが挙げられる。甘味料は、例えば、天然甘味料、合成甘味料などが挙げられる。

[0087] 前記原料片は、例えば、JIS Z 8801に準拠したステンレス篩を用いて、JIS Z 8815に準拠する篩分けによって得られる。例えば、0.71mmの目開きを有するステンレス篩を用いて、乾燥式かつ機械式振とう法によって20分間に亘って原料片を篩分けによって、0.71mmの目開きを有するステンレス篩を通過する原料片を得る。続いて、0.212mmの目開きを有するステンレス篩を用いて、乾燥式かつ機械式振とう法によって20分間に亘って原料片を篩分けによって、0.212mmの目開きを有するステンレス篩を通過する原料片を取り除く。すなわち、香味源300を構成する原料片は、上限を規定するステンレス篩（目開き=0.71mm）を通過し、下限を規定するステンレス篩（目開き=0.212mm）を通過しない原料片である。したがって、香味源300を構成する原料片のサイズの下限は、下限を規定するステンレス篩の目開きによって定義される。また、香味源300を構成する原料片のサイズの上限は、上限を規定するステンレス篩の目開きによって定義される。

[0088] 収容体310に収容される香味源300の充填量は、良好な香味の観点から、300mg以上であることが好ましく、350mg以上であることがより好ましい。

[0089] (2) 電源ユニット

電源ユニット30Dの一例を図7に示す。電源ユニット30Dは、電池110を有する。電池110は、使い捨てタイプの電池であってもよく、充電タイプの電池であってもよい。電池110の出力電圧の初期値は、1.2V以上4.2V以下の範囲であることが好ましい。また、電池110の電池容

量は、100mAh以上1000mAh以下の範囲であることが好ましい。

[0090] (3) カートリッジ

カートリッジ30Eの一例を図8、9に示す。図8はカートリッジ30Eの一例の断面図を、図9はその内部構造を示す図である。カートリッジ30Eは、リザーバ210と、霧化部220と、流路形成体230と、外枠体240と、エンドキャップ250とを有する。カートリッジ30Eは、エアロゾル流路として、霧化部220よりも下流側に配置された第1流路200Xを有する。

[0091] リザーバ210は、エアロゾル源200を貯留する。リザーバ210は、エアロゾルの流れ方向（非吸口端から吸口端（上流から下流）へ向かう方向）に直交する断面において流路形成体230の周囲に位置する。リザーバ210は、流路形成体230と外枠体240との間の空隙内に位置する。リザーバ210は、例えば、樹脂ウェブや綿等の多孔体によって構成される。また、リザーバ210は、液体のエアロゾル源200を収容するタンクによって構成されていてもよい。エアロゾル源200としては、例えばグリセリン、プロピレングリコール等が挙げられる。

[0092] 霧化部220は、電池110から供給される電力によって燃焼を伴わずにエアロゾル源200を霧化する。霧化部220は、所定ピッチで巻き回された電熱線（コイル）によって構成されている。霧化部220は、1.0~3.0Ωの範囲の抵抗値を有する電熱線によって構成されていることが好ましい。所定ピッチは、電熱線が接触しない値以上であり、またより小さい値であることが好ましい。所定ピッチは、例えば、0.40mm以下であることが好ましい。所定ピッチは、エアロゾル源200の霧化を安定させるために一定であることが好ましい。所定ピッチとは、互いに隣接する電熱線の中心の間隔である。

[0093] 流路形成体230は、エアロゾルの流れ方向に沿って延びる第1流路200Xを形成する筒状形状を有する。外枠体240は、流路形成体230を収容する筒状形状を有する。外枠体240は、エンドキャップ250よりも下

流側に延びるとともに、たばこカプセル30Fの一部を収容する。エンドキャップ250は、流路形成体230と外枠体240との間の空隙を下流側から塞ぐキャップである。エンドキャップ250は、リザーバ210に貯留されるエアロゾル源200がたばこカプセル30F側に漏れる事態を抑制する。

[0094] [燃焼型香味吸引器及びその製造方法]

本実施形態に係る燃焼型香味吸引器の製造方法は、本実施形態に係る方法により、葉たばこからネオフィタジエンを単離精製してネオフィタジエン組成物を得る工程と、前記ネオフィタジエン組成物を基材に添加する工程と、前記基材を含む燃焼型香味吸引器を製造する工程と、を含む。また、本実施形態に係る燃焼型香味吸引器は、本実施形態に係るネオフィタジエン組成物を含む。本実施形態に係る燃焼型香味吸引器の製造方法は、本実施形態に係る方法によりネオフィタジエン組成物を得るため、効率よく葉たばこからネオフィタジエンを単離精製でき、効率よく良好な香味を提供可能な燃焼型香味吸引器を製造できる。また、本実施形態に係る燃焼型香味吸引器は、本実施形態に係る方法により得られるネオフィタジエン組成物を含むため、良好な香味を提供できる。

[0095] 本実施形態に係る燃焼型香味吸引器の製造方法における、ネオフィタジエン組成物を基材に添加する方法は、前述した非燃焼加熱型香味吸引器の製造方法と同様であることができる。

[0096] 本実施形態に係る燃焼型香味吸引器の一例を図10に示す。図10に示されるように、燃焼型香味吸引器400は、たばこ含有セグメント401と、たばこ含有セグメント401に隣接して設けられたフィルターセグメント402とを含む。たばこ含有セグメント401は、本実施形態に係るネオフィタジエン組成物を含むたばこ材料を含むたばこ充填物403と、たばこ充填物403の周囲を巻いた巻紙404とを含む。前述したように、巻紙404が本実施形態に係るネオフィタジエン組成物を含んでいてもよい。フィルターセグメント402は、一般的なフィルターとしての機能を有していれば特

に制限されず、例えば、合成繊維からなるトウ（単に「トウ」とも称する）や、紙等の材料を円柱状に加工したものをを用いることができる。たばこ含有セグメント401とフィルターセグメント402とは、たばこ含有セグメント401及びフィルターセグメント402上に巻かれたチップペーパー部材405によって連結されている。チップペーパー部材405は、その外周の一部に通気孔を有していてもよい。通気孔の数は1つでも複数でもよく、例えば10～40個形成されていることができる。通気孔の数が複数の場合、通気孔は例えばチップペーパー部材405の外周部に一列に並んで環状に配置されることができる。複数の通気孔は、略一定の間隔で配置されることができる。通気孔を設けることによって、吸引時に通気孔からフィルターセグメント402内に空気が取り込まれる。主流煙を通気孔からの外気によって薄めることで、所望のタール値の製品設計を行うことができる。

[0097] 使用者は、たばこ含有セグメント401の先端に着火して、フィルターセグメント402の吸口端を口でくわえて吸引することで、たばこの香味を楽しむことができる。なお、フィルターセグメント402の数は1つに限らず、例えば異なる機能を有するフィルターセグメントを複数連結して配置してもよい。

## 実施例

[0098] 以下、本実施形態の具体例について説明するが、本発明はこれらに限定されない。

[0099] [参考例1]（葉たばこの品種検討）

黄色種またはバーレー種の葉たばこ細粉を200g秤量し、2500ml容の密閉ステンレス容器に投入した。次に、ヘキサン（富士フィルム和光純薬製、高速液体クロマトグラフ用）を2000ml加えた後、40℃の温浴中で密閉攪拌しながら3時間抽出した。抽出後、目開き250 $\mu$ mのステンレス製メッシュを用いてヘキサン溶液と抽出残渣を分離したところ、約1500mlのヘキサン溶液を得た。予め0.1質量%硫酸水溶液を調製し、該0.1質量%硫酸水溶液と、先に得られたヘキサン溶液とを、硫酸水溶液：

ヘキサン溶液＝１：３の溶液比率（体積比）で混合し、更に食塩２００ｇを添加して十分に分液ロート内で振とうし、液液抽出操作を行った。この時、下層の硫酸水溶液にはニコチンを代表とする成分が移行し、上層の有機層には葉たばこの疎水性有効成分が移行した。十分な静置の後、有機層を取り出し、無水硫酸ナトリウムを２００ｇ加えて攪拌し、有機層内の脱水操作を行った。ろ紙濾過により不溶物を取り除いた。更にロータリーエバポレーター（日本ビュッヒ製）を用いて減圧下でヘキサンを取り除き、黄色種からは５．１６ｇ（収率２．５８％）、バーレー種からは５．４ｇ（収率２．７％）の乾固物を得た。各乾固物をヘキサン溶媒に溶解し、得られた溶液を以下に示す条件でGC／MS分析した。

[0100] 質量分析計付きガスクロマトグラフィー（GC／MS）

装置：アジレント・テクノロジー製 7890A／5975C GC／MS  
D

<GC条件>

カラム：HP-5MS（アジレント・テクノロジー製）

内径0.25mm×長さ30m、膜厚0.25μm

注入量：1μl

注入モード：スプリット（10：1）

注入口温度：270℃

セプタムパージ流量：5ml／分

キャリアガス：ヘリウム（He）

カラム流量：1ml／分（定流量モード）

オープン温度：40℃（3分）－4℃／分－280℃（20分）

トランスファーライン温度：280℃

<MS条件>

溶媒待ち時間：4分

イオン化法：電子衝撃イオン化法（EI法）、70eV

イオン源温度：230℃

四重極温度：150℃

測定モード：スキャン

MSスキャン範囲：m/z 26～450

スレッシュホールド：50

サンプリングレート：2

[0101] 前記GC/MSによる分析で得られたトータルイオンクロマトグラムから、ネオフィタジエンのMSパターンに含まれるシングルイオン (m/z = 68) を抽出し、それぞれのピーク面積値を比較したところ、黄色種のネオフィタジエンピーク面積値はバーレー種のものより約1.4倍大きいことが確認された。これより、葉たばことして黄色種、バーレー種のいずれも有用であるが、ネオフィタジエン収量が多い観点から黄色種がより好ましいことが分かった。

[0102] [参考例2] (抽出溶媒の検討)

100ml容器的スクリー管に葉たばこ細粉を5g量り取り、有機溶媒 (n-ヘキサン、酢酸エチル、エタノール、又はメタノール) 50mlを加えよく混合した後、常温で一昼夜静置した。混合液を濾紙ろ過した抽出液に無水硫酸ナトリウムを少量添加し脱水後、再度濾紙ろ過を行い、有機溶媒を減圧除去した。得られた乾固物の濃度が4質量%となるように、乾固物を抽出で用いた溶媒と同じ溶媒に溶解し、該溶液を参考例1に示す条件でGC/MS分析した。n-ヘキサン、酢酸エチル、エタノール、及びメタノール溶液のGC/MSによる分析で得られたトータルイオンクロマトグラムを図11～14に示す。

[0103] 図11～14のクロマトグラムより、各溶媒で抽出した場合、ネオフィタジエン (保持時間38.9分) が葉たばこ細粉から抽出されていることが分かった。更に、酢酸エチル、エタノール及びメタノールを用いた抽出では、ネオフィタジエンの精製に不要な成分 (保持時間38分以前) のピークが存在していることが確認された。これより、前記4種の溶媒の中でも、前記不要成分のピークを極力含まないヘキサンが抽出溶媒としてより適しているこ

とが分かった。

[0104] [実施例 1]

(工程 A 1)

黄色種の葉たばこ細粉を 200 g 秤量し、2500 ml 容の密閉ステンレス容器に投入した。次に、ヘキサン（富士フィルム和光純薬製、高速液体クロマトグラフ用）を 2000 ml 加えた後、40℃の温浴中で密閉攪拌しながら 3 時間抽出した。抽出後、目開き 250 μm のステンレス製メッシュを用いてヘキサン溶液と抽出残渣を分離したところ、約 1500 ml のヘキサン溶液を得た。

[0105] (工程 B 1)

予め 0.1 質量%硫酸水溶液を調製し、該 0.1 質量%硫酸水溶液と、先に得られたヘキサン溶液とを、硫酸水溶液：ヘキサン溶液 = 1 : 3 の溶液比率（体積比）で混合し、500 ml の混合液を得た。更に食塩 200 g を添加して十分に分液ロート内で振とうし、液液抽出操作を行った。この時、下層の硫酸水溶液にはニコチンを代表とする成分が移行し、上層の有機層には葉たばこの疎水性有効成分が移行する。十分な静置の後、有機層を取り出し、無水硫酸ナトリウムを約 200 g 加えて攪拌し、有機層内の脱水操作を行った。ろ紙濾過により不溶物を取り除いた。得られた溶液を参考例 1 に示す条件で GC/MS 分析した。結果を図 15 に示す。図 15 に示されるクロマトグラムより、ネオフィタジエン（保持時間 38.9 分）の存在、及び前記液液抽出操作によってニコチン（保持時間 24.6 分）を代表とするアルカロイド類が除去できることが確認された。

[0106] (工程 C 1)

上記で得られた有機層（ヘキサン層）に混合比が有機層：メタノール = 2 : 1（体積比）となるようにメタノールを加え、よく混合した後、冷蔵庫（4 度）にて一晩静置し、液液抽出操作を行った。この時、下層のメタノール溶液には CBT をはじめとするタバコの葉面樹脂成分が移行し、上層のヘキサン溶液にはネオフィタジエンや高級炭化水素類が移行する。抽出操作で得

られたヘキサン溶液、メタノール溶液を、参考例1に示す条件でGC/MS分析した。ヘキサン溶液の結果を図16に、メタノール溶液の結果を図17にそれぞれ示す。図16、17に示されるクロマトグラムより、本工程によりCBTが選択的に除去されることが確認された。

[0107] (工程D1、E1及びF1)

上記で得られたヘキサン溶液からロータリーエバポレーター（日本ビュッヒ製）を用いて減圧下でヘキサンを取り除き、3.15gの乾固物（収率1.58%）を得た。該乾固物にメタノールを300mL加え、超音波にかけながら乾固物をメタノールに分散、溶解させた。得られた溶液を冷蔵庫（4℃）にて1時間静置した後、沈殿物を除く上澄み液を回収した。該上澄み液を参考例1に示す条件でGC/MS分析した。結果を図18に示す。本工程により高級炭化水素類が選択的に除去されることが確認された。

[0108] (工程G1及びH1)

上記で得られた上澄み液からロータリーエバポレーター（日本ビュッヒ製）を使用して減圧下でメタノールを取り除いた。得られた乾固物（1.49g）に対してヘキサン（15mL）を添加して溶解させた。得られた溶液から、順相系HPLCを用いてネオフィタジエンを単離精製した。HPLCとしては1260 Infinity（商品名、アジレント・テクノロジー社製）を用いた。HPLCの分離条件は以下の通りである。

- ・カラム：YMC社製 YMC-Pack SIL/S-5 $\mu$ m/12nm
- ・移動相：Hex（2min）→Hex：AcOEt（95：5）（1min）→Hex（12min）
- ・流量：7mL/min
- ・検出器：ダイオードアレイ検出器（220nm）
- ・サンプル注入量：500 $\mu$ L

[0109] 上記条件で分離後、220nmで検出されるシグナルをフラクションコレクターに分画した。分画したフラクションは図19の破線内に示される部分である。該フラクションを回収し、得られたサンプルを濃縮、乾固すること

で、無色透明のネオフィタジエン組成物を得た。GC/MSによる分析で得られたトータルイオンクロマトグラムから、ネオフィタジエンの収率は65.0%であり、葉たばこから高収率でネオフィタジエンを単離精製できることが確認された。また、得られたネオフィタジエン組成物をメタノールに溶解し、参考例1に示す条件でGC/MS分析した。結果を図20に示す。純度を算出すると、ネオフィタジエン組成物の純度は99.83%であり、本実施形態に係る方法により高純度でネオフィタジエンを単離精製できることが確認された。

[0110] [実施例2]

実施例1で得られたネオフィタジエン組成物（アルコール製剤）を、たばこシート刻に対して1000質量ppm加香した。得られた加香済シート刻を乾燥し、外部加熱型の非燃焼加熱型香味吸引器のたばこロッド部に充填し、評価した。未加香シート刻についても同様に外部加熱型の非燃焼加熱型香味吸引器のたばこロッド部に充填し、評価した。その結果、未加香シート刻より加香済シート刻の方が、たばこ本来の重要香気がよりよく発現されていた。

[0111] [実施例3]

実施例1で得られたネオフィタジエン組成物（アルコール製剤）を、たばこ刻に対して500質量ppm加香した。得られた加香済たばこ刻を乾燥し、燃焼型香味吸引器のたばこ含有セグメントに充填し、評価した。未加香たばこ刻についても同様に燃焼型香味吸引器のたばこ含有セグメントに充填し、評価した。その結果、未加香たばこ刻より加香済たばこ刻の方が、たばこ本来の重要香気がよりよく発現されていた。

### 符号の説明

- [0112] 10 加熱装置  
11 ボディ  
12 ヒーター  
13 金属管

- 14 電池ユニット
- 15 制御ユニット
- 16 凹部
- 17 通気穴
- 20 非燃焼加熱型香味吸引器
  - 20A たばこロッド部
  - 20B 冷却部
  - 20C フィルター部
- 21 たばこ充填物
- 22 巻紙
- 23 紙管
- 24 穿孔
- 25 第1セグメント
  - 25a 第1充填層
  - 25b インナープラグラッパー
- 26 第2セグメント
  - 26a 第2充填層
  - 26b インナープラグラッパー
- 27 アウタープラグラッパー
- 28 ライニングペーパー
- 30 非燃焼非加熱型香味吸引器
  - 30D 電源ユニット
  - 30E カートリッジ
  - 30F たばこカプセル
- u 非吸口端
- d 吸口端
- 110 電池
- 200 エアロゾル源

- 210 リザーバ
- 220 霧化部
- 230 流路形成体
- 240 外枠体240
- 250 エンドキャップ
- 200X 第1流路
- 300 香味源
- 310 収容体
- 320 メッシュ体
- 330 不織布
- 340 キャップ
- 400 燃烧型香味吸引器
- 401 たばこ含有セグメント
- 402 フィルターセグメント
- 403 たばこ充填物
- 404 巻紙
- 405 チップペーパー部材

## 請求の範囲

### [請求項1]

葉たばこからネオフィタジエンを単離精製する方法であって、  
葉たばこに非プロトン性溶媒を添加して抽出操作を行い、抽出残渣を除去して抽出液（A 1）を得る工程と、  
前記抽出液（A 1）に酸性の水溶液を添加して液液抽出を行い、水層を除去して抽出液（B 1）を得る工程と、  
前記抽出液（B 1）にプロトン性溶媒を添加して液液抽出を行い、プロトン性溶媒の層を除去して抽出液（C 1）を得る工程と、  
前記抽出液（C 1）の溶媒を除去して乾固物（D 1）を得る工程と、  
、  
前記乾固物（D 1）にプロトン性溶媒を添加して前記乾固物（D 1）を溶解させ、溶液（E 1）を得る工程と、  
前記溶液（E 1）中に生成した沈殿物を除去して上澄み液（F 1）を得る工程と、  
前記上澄み液（F 1）の溶媒を非プロトン性溶媒に置換して溶液（G 1）を得る工程と、  
順相系高速液体クロマトグラフィーにより、前記溶液（G 1）からネオフィタジエンを単離精製する工程と、  
を含む、方法。

### [請求項2]

葉たばこからネオフィタジエンを単離精製する方法であって、  
葉たばこに非プロトン性溶媒を添加して抽出操作を行い、抽出残渣を除去して抽出液（A 2）を得る工程と、  
前記抽出液（A 2）に酸性の水溶液を添加して液液抽出を行い、水層を除去して抽出液（B 2）を得る工程と、  
前記抽出液（B 2）の溶媒を除去して乾固物（C 2）を得る工程と、  
、  
前記乾固物（C 2）にプロトン性溶媒を添加して前記乾固物（C 2）を溶解させ、溶液（D 2）を得る工程と、

前記溶液（D 2）中に生成した沈殿物を除去して上澄み液（E 2）を得る工程と、

前記上澄み液（E 2）に非プロトン性溶媒を添加して液液抽出を行い、プロトン性溶媒の層を除去して溶液（F 2）を得る工程と、

順相系高速液体クロマトグラフィーにより、前記溶液（F 2）からネオフィタジエンを単離精製する工程と、を含む、方法。

[請求項3] 前記酸性の水溶液のpHが3以下である、請求項1又は2に記載の方法。

[請求項4] 前記非プロトン性溶媒が、ヘキサン、ヘプタン及び酢酸エチルからなる群から選択される少なくとも一種の溶媒である、請求項1から3のいずれか一項に記載の方法。

[請求項5] 前記プロトン性溶媒がメタノールである、請求項1から4のいずれか一項に記載の方法。

[請求項6] 前記葉たばこが、黄色種及びバーレー種の少なくとも一方である、請求項1から5のいずれか一項に記載の方法。

[請求項7] 前記溶液（G 1）を得る工程が、前記上澄み液（F 1）に非プロトン性溶媒を添加して液液抽出を行い、プロトン性溶媒の層を除去して前記溶液（G 1）を得る工程である、請求項1に記載の方法。

[請求項8] 前記溶液（G 1）を得る工程が、前記上澄み液（F 1）の溶媒を除去した後、非プロトン性溶媒を添加して前記溶液（G 1）を得る工程である、請求項1に記載の方法。

[請求項9] 前記単離精製により得られるネオフィタジエン組成物が、ネオフィタジエンを95質量%以上含む、請求項1から8のいずれか一項に記載の方法。

[請求項10] 請求項1から9のいずれか一項に記載の方法により、葉たばこからネオフィタジエンを単離精製してネオフィタジエン組成物を得る工程と、

前記ネオフィタジエン組成物を基材に添加する工程と、  
前記基材を含む非燃焼加熱型香味吸引器を製造する工程と、  
を含む、非燃焼加熱型香味吸引器の製造方法。

[請求項11] 請求項1から9のいずれか一項に記載の方法により、葉たばこからネオフィタジエンを単離精製してネオフィタジエン組成物を得る工程と、

前記ネオフィタジエン組成物を基材に添加する工程と、  
前記基材を含む非燃焼非加熱型香味吸引器を製造する工程と、  
を含む、非燃焼非加熱型香味吸引器の製造方法。

[請求項12] 請求項1から9のいずれか一項に記載の方法により、葉たばこからネオフィタジエンを単離精製してネオフィタジエン組成物を得る工程と、

前記ネオフィタジエン組成物を基材に添加する工程と、  
前記基材を含む燃焼型香味吸引器を製造する工程と、  
を含む、燃焼型香味吸引器の製造方法。

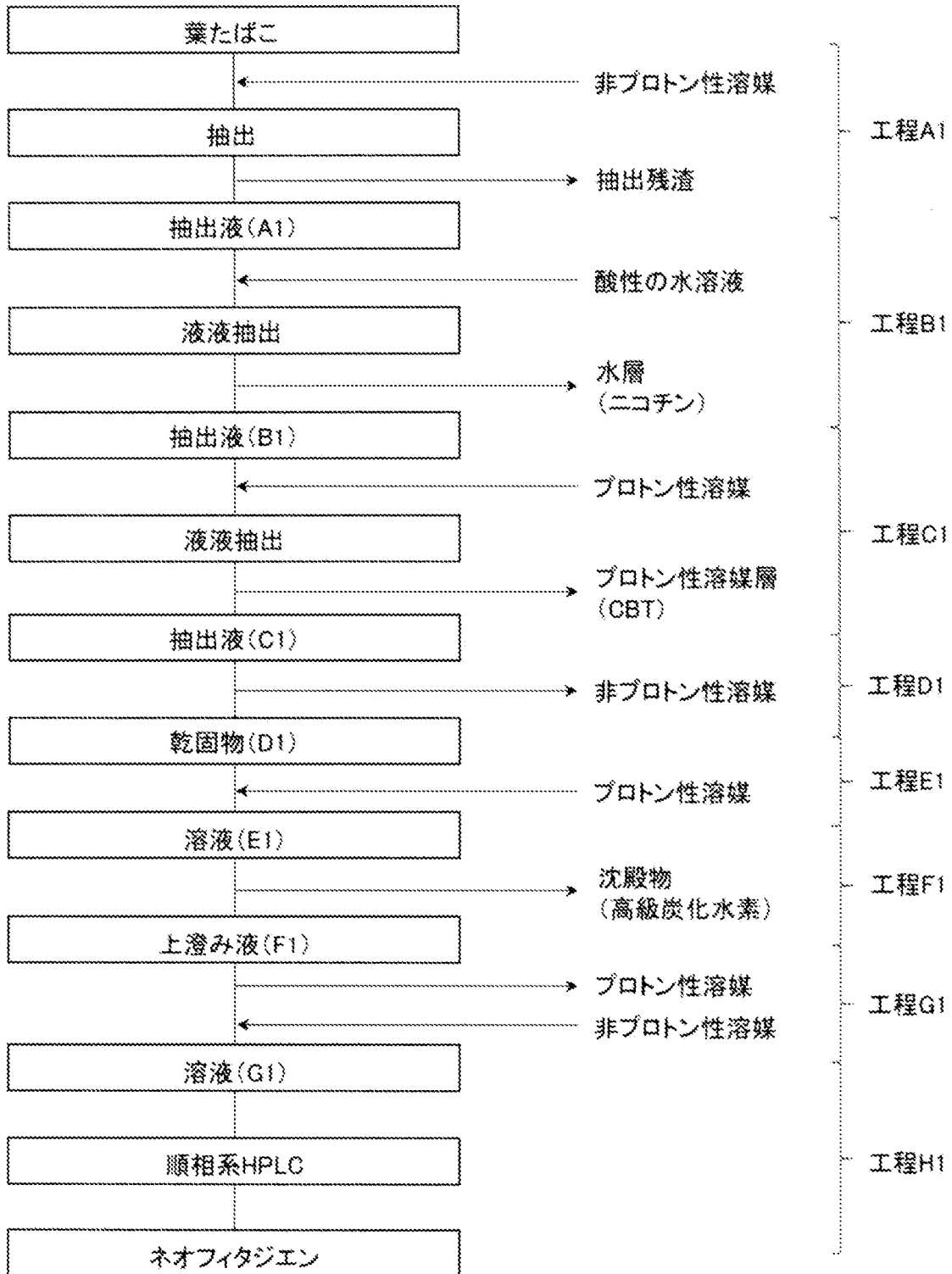
[請求項13] 請求項1から9のいずれか一項に記載の方法により、葉たばこからネオフィタジエンを単離精製して得られる、ネオフィタジエンを95質量%以上含むネオフィタジエン組成物。

[請求項14] 請求項13に記載のネオフィタジエン組成物を含む、非燃焼加熱型香味吸引器。

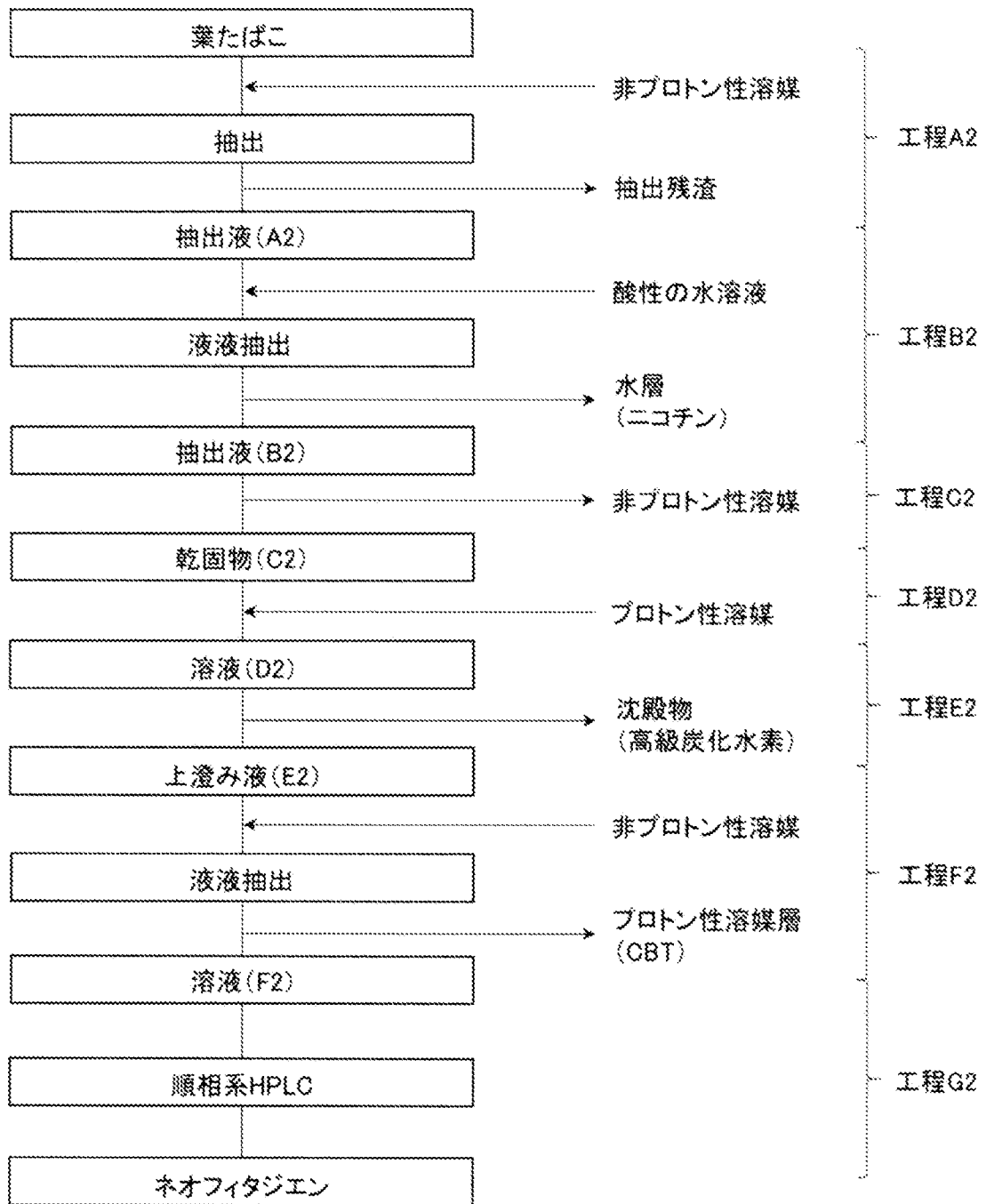
[請求項15] 請求項13に記載のネオフィタジエン組成物を含む、非燃焼非加熱型香味吸引器。

[請求項16] 請求項13に記載のネオフィタジエン組成物を含む、燃焼型香味吸引器。

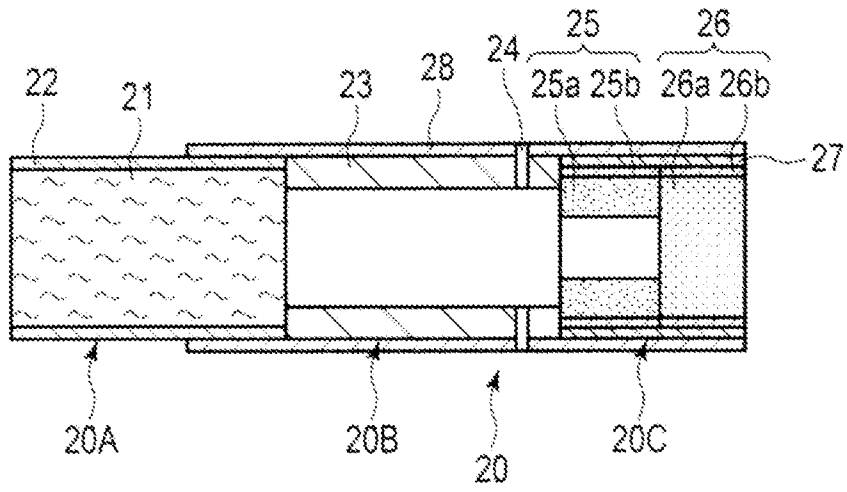
[図1]



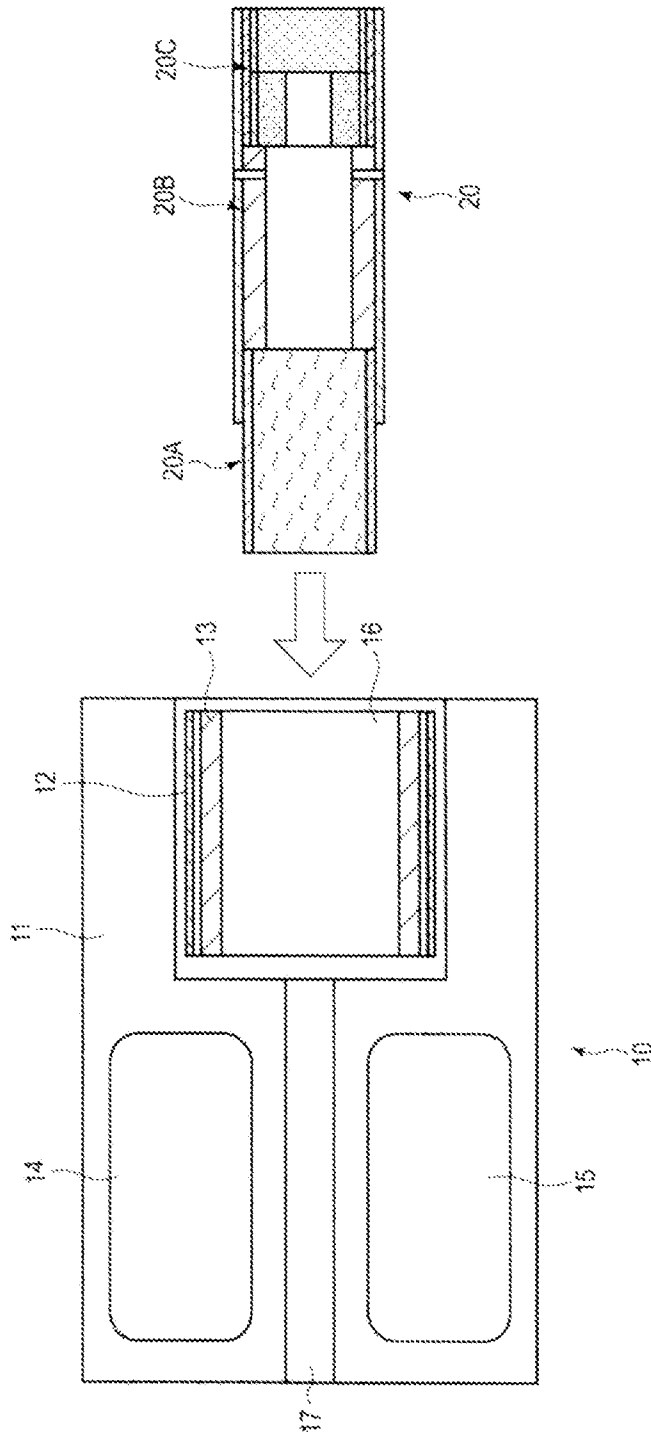
[図2]



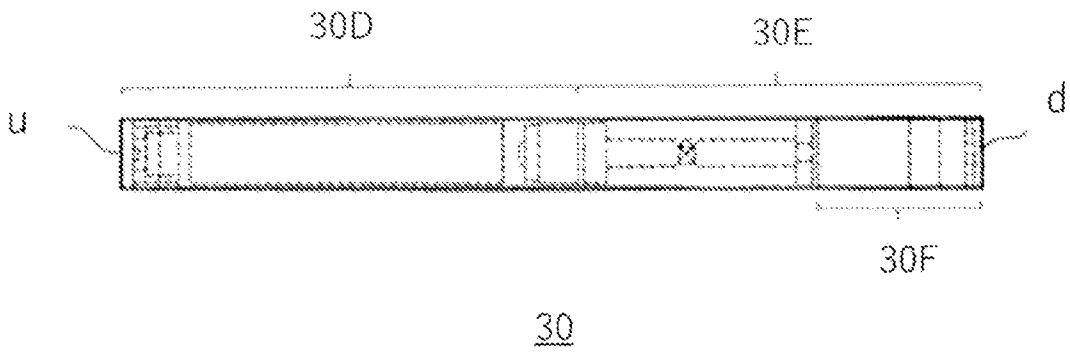
[図3]



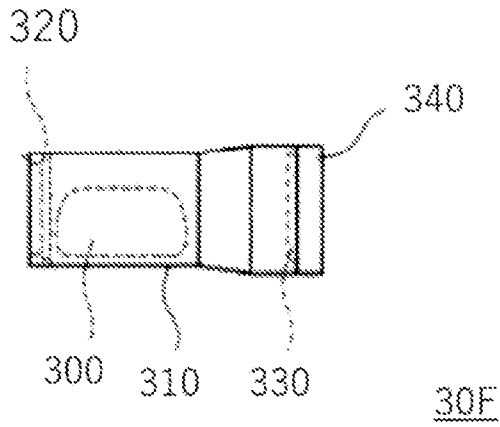
[図4]



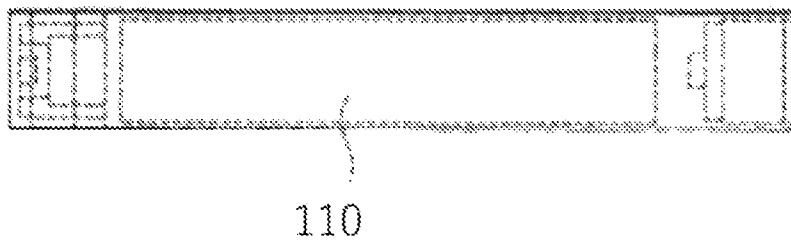
[図5]



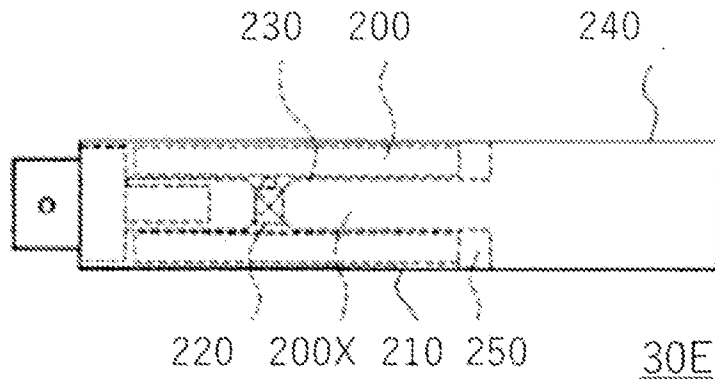
[図6]



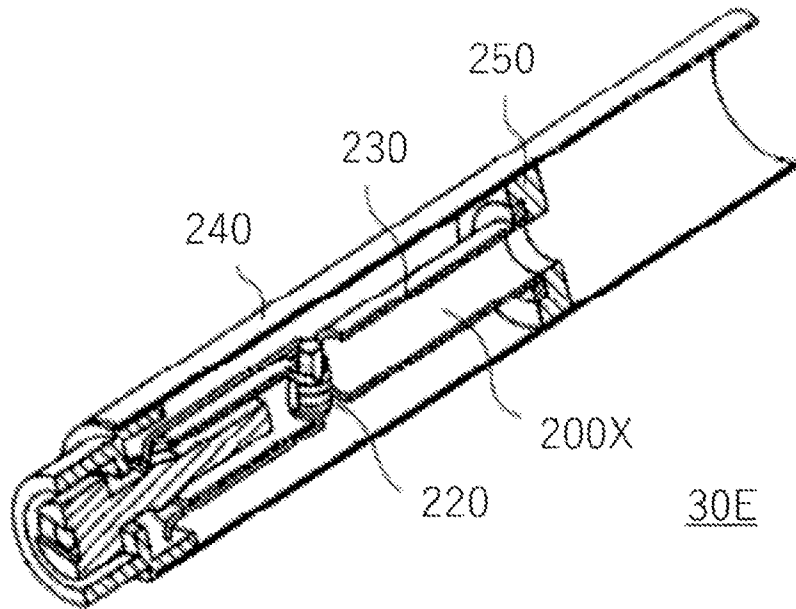
[図7]



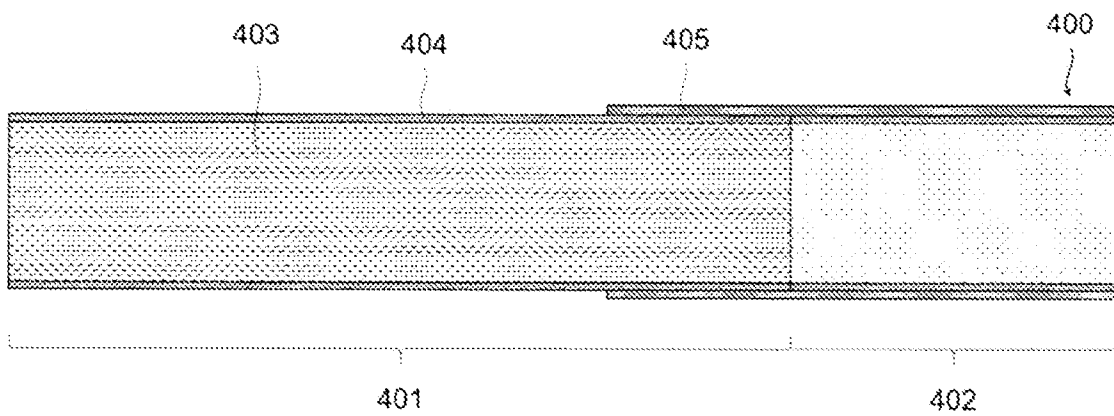
[図8]



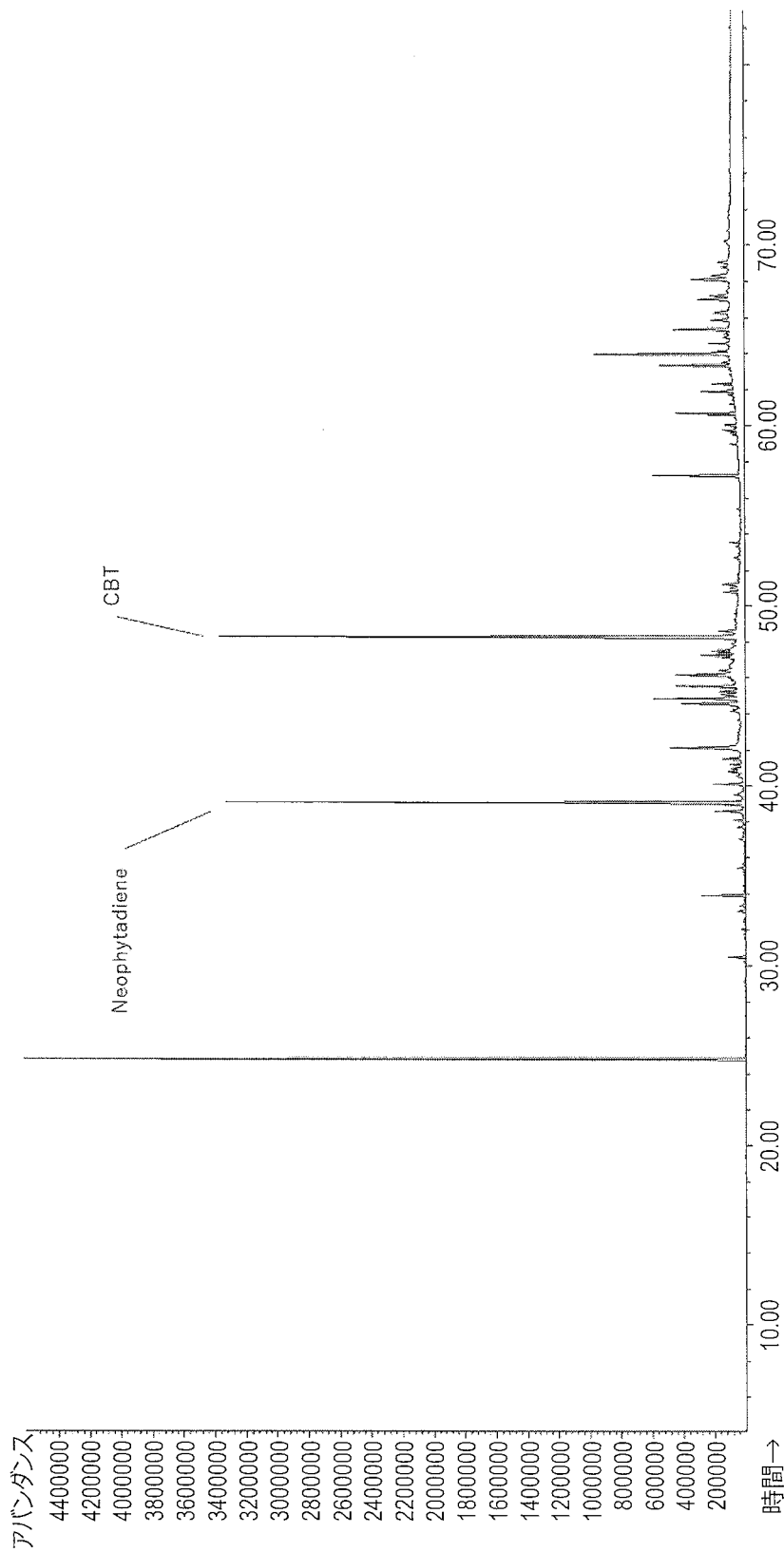
[図9]



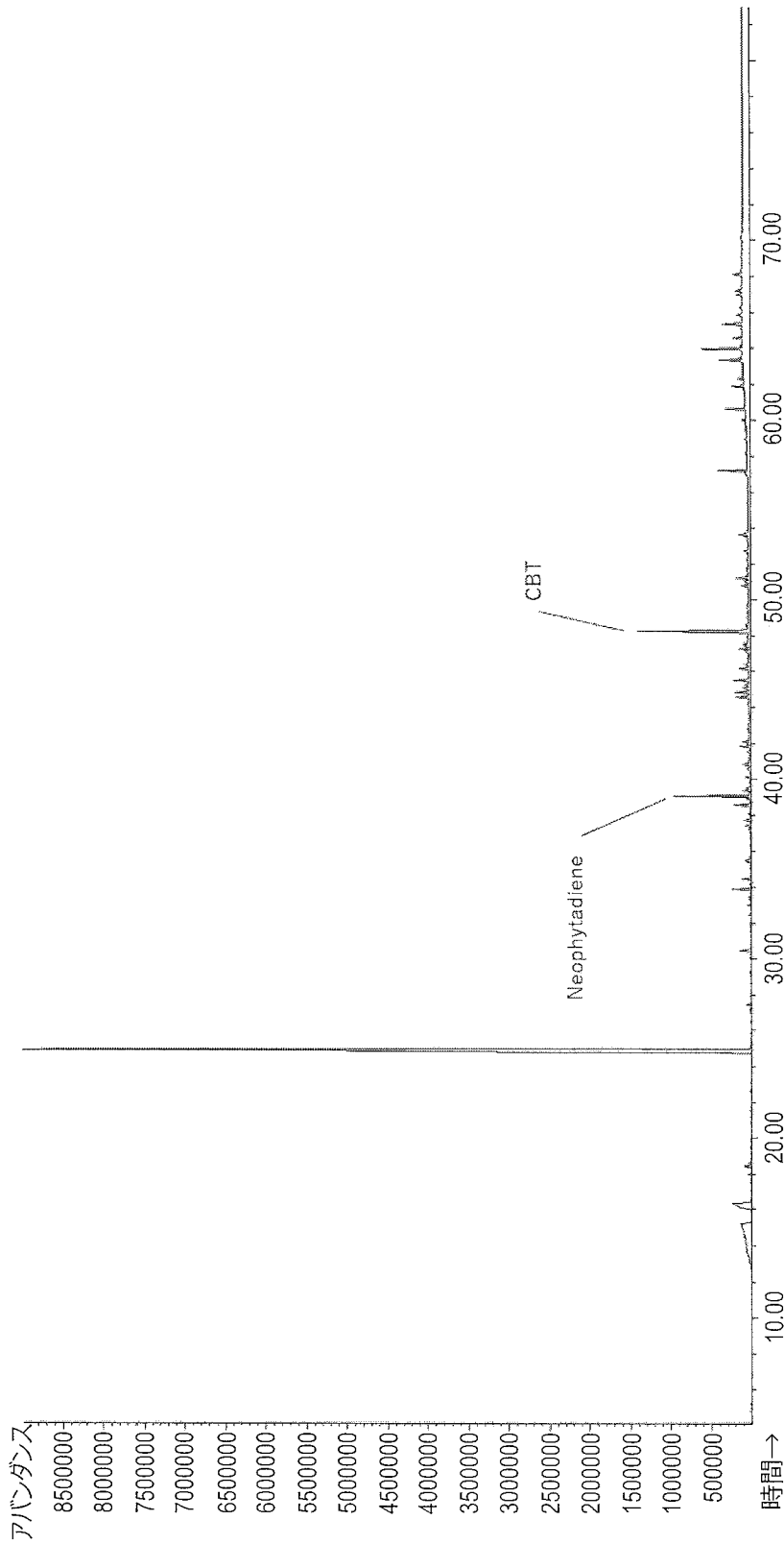
[図10]



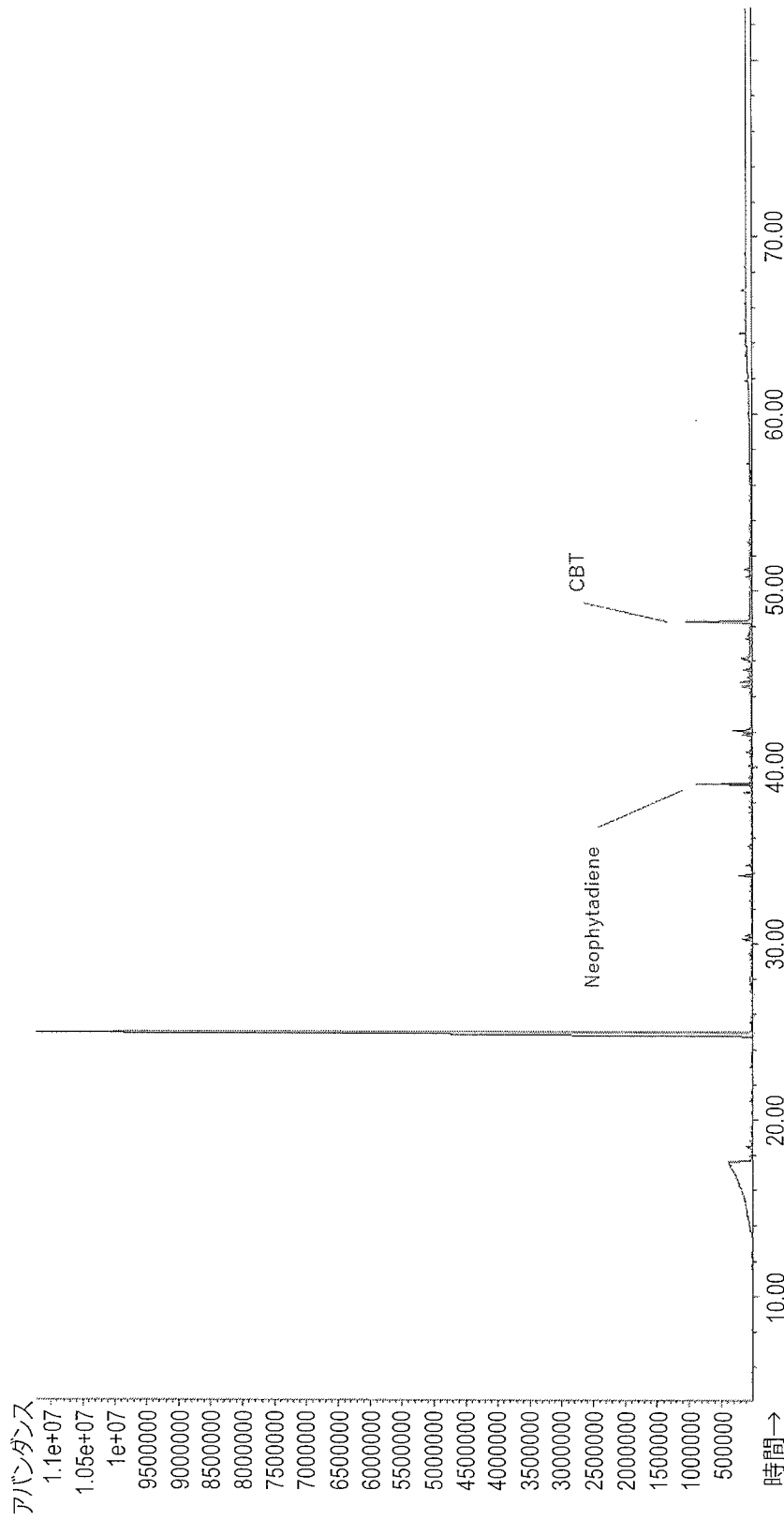
【図11】



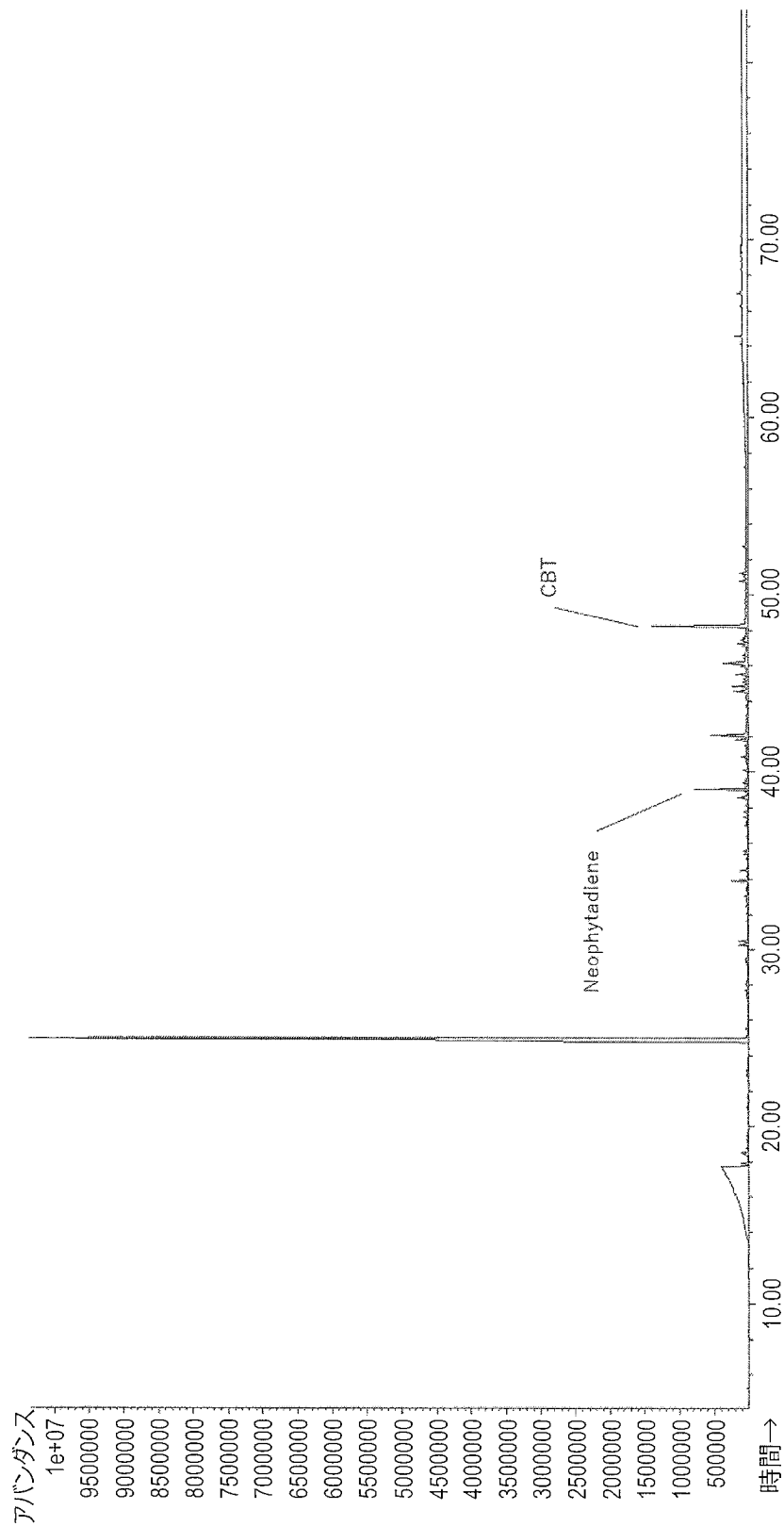
【図12】



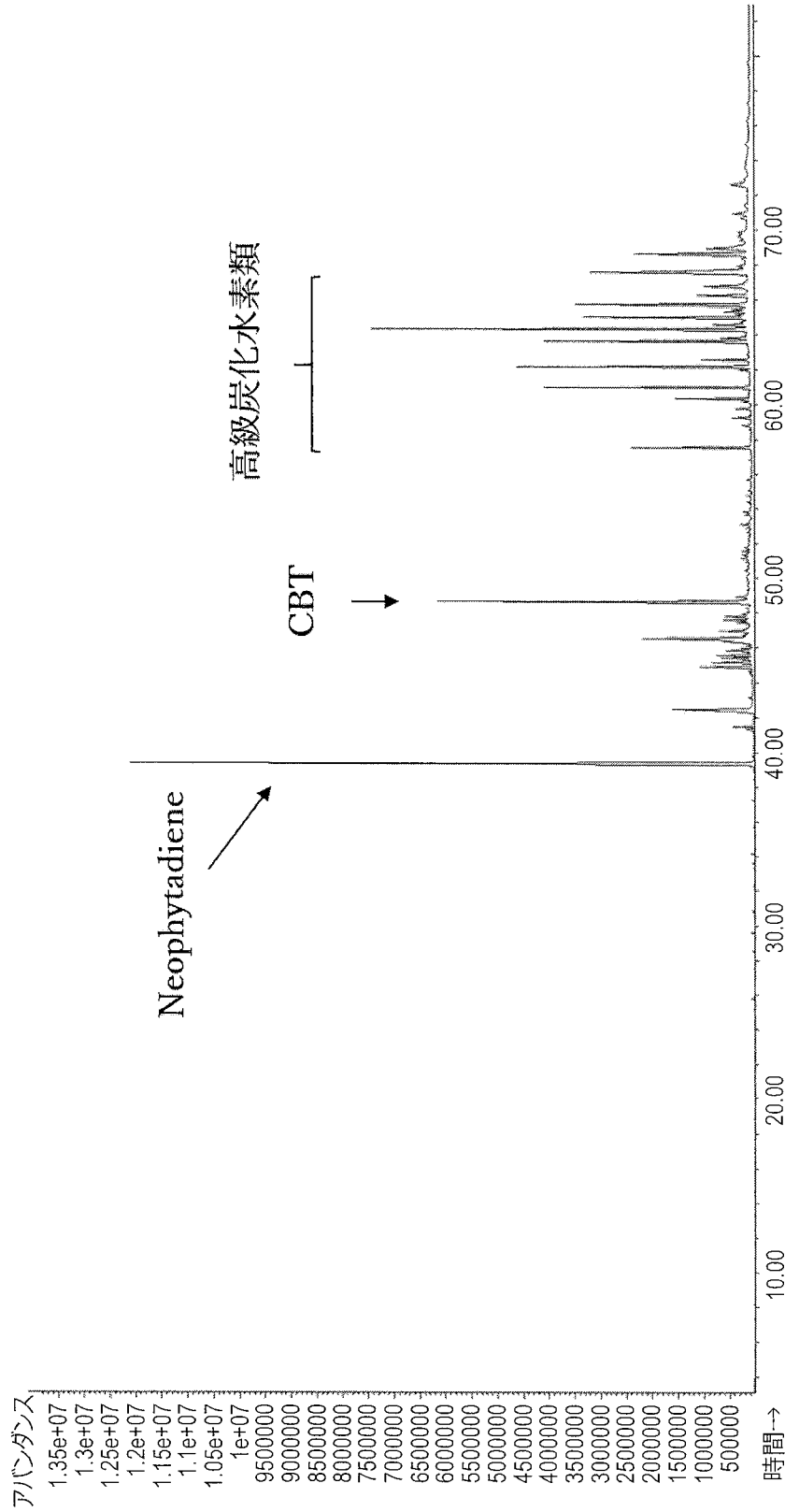
【図13】



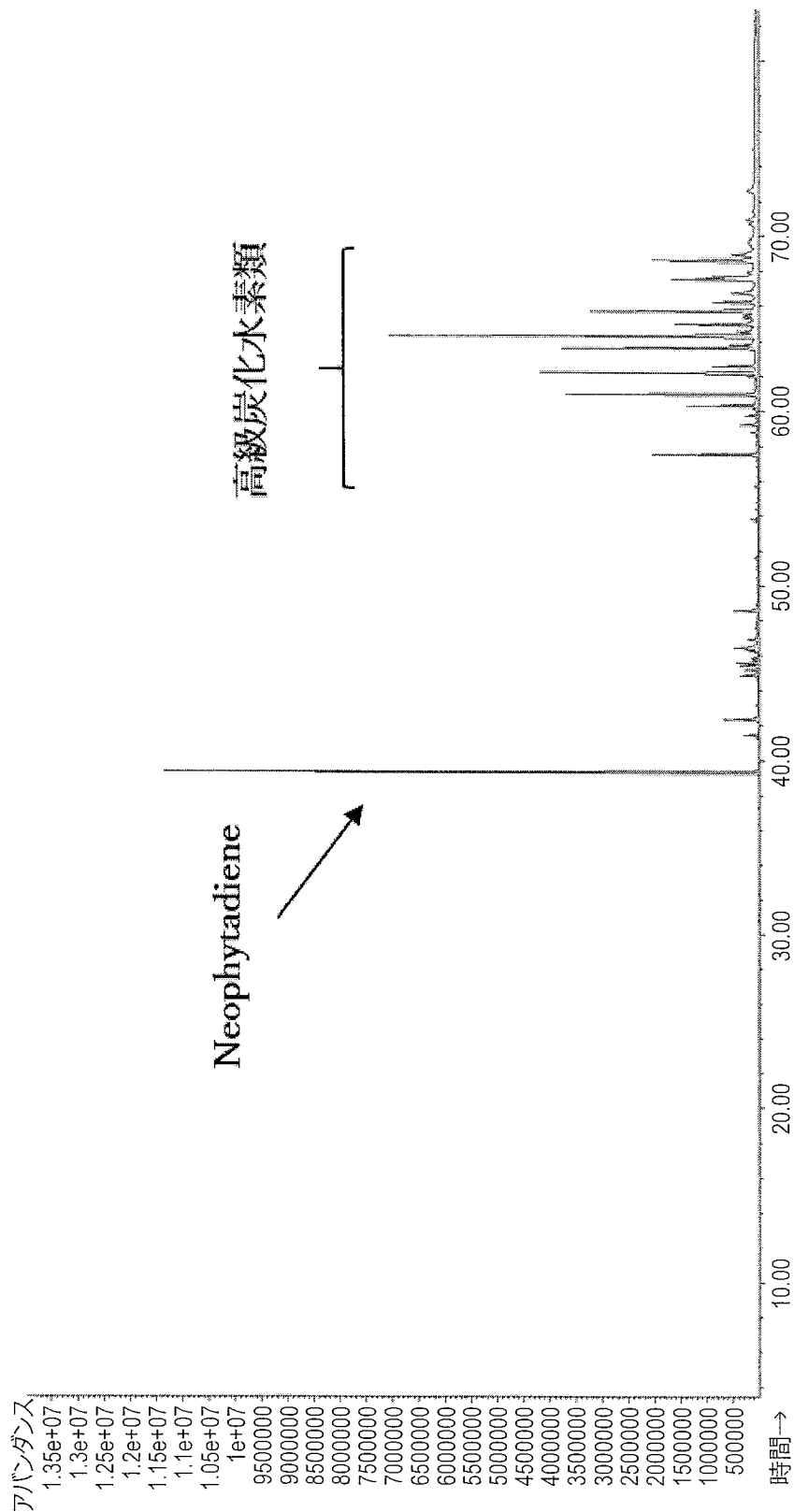
【図14】



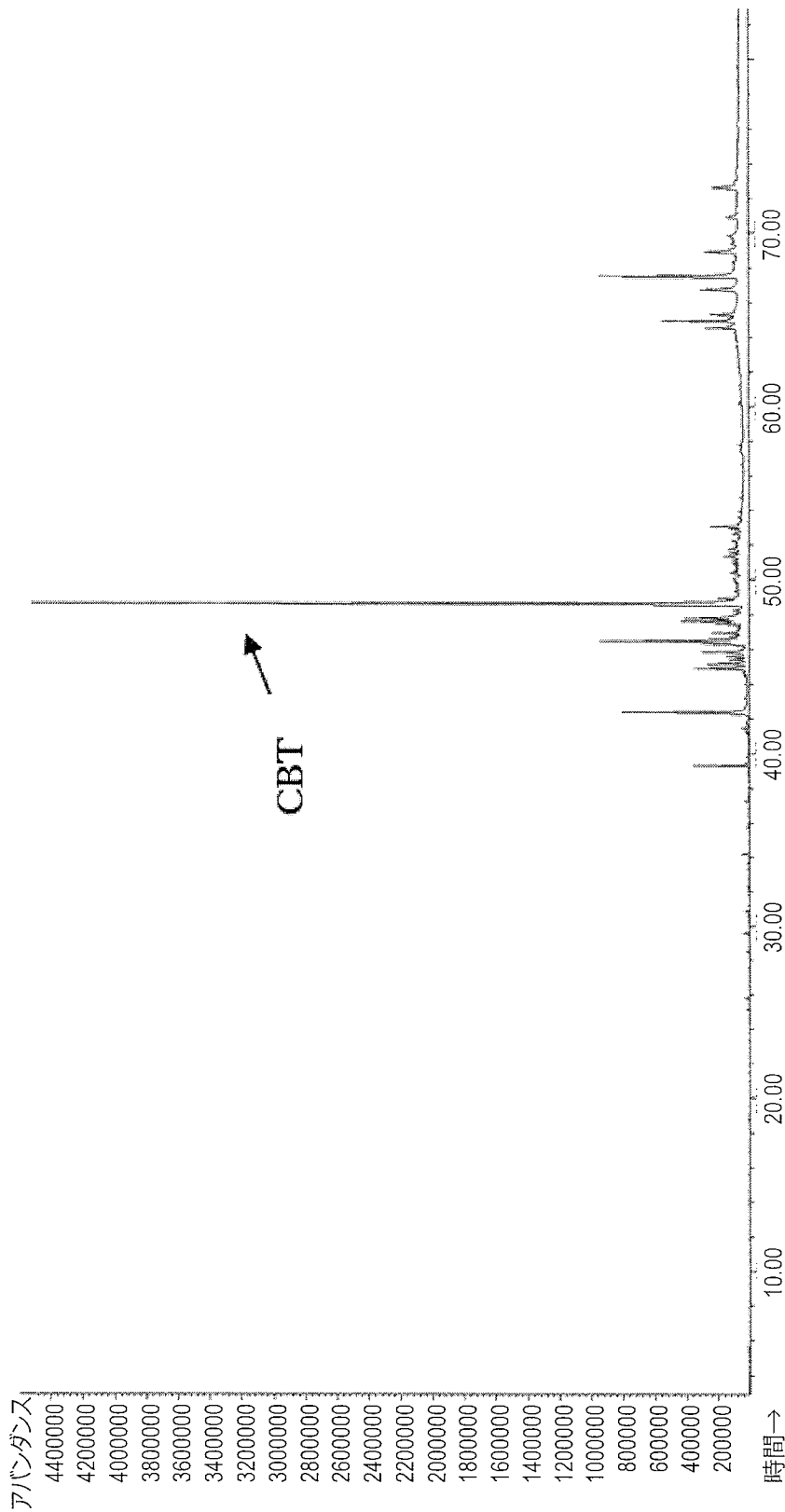
【図15】



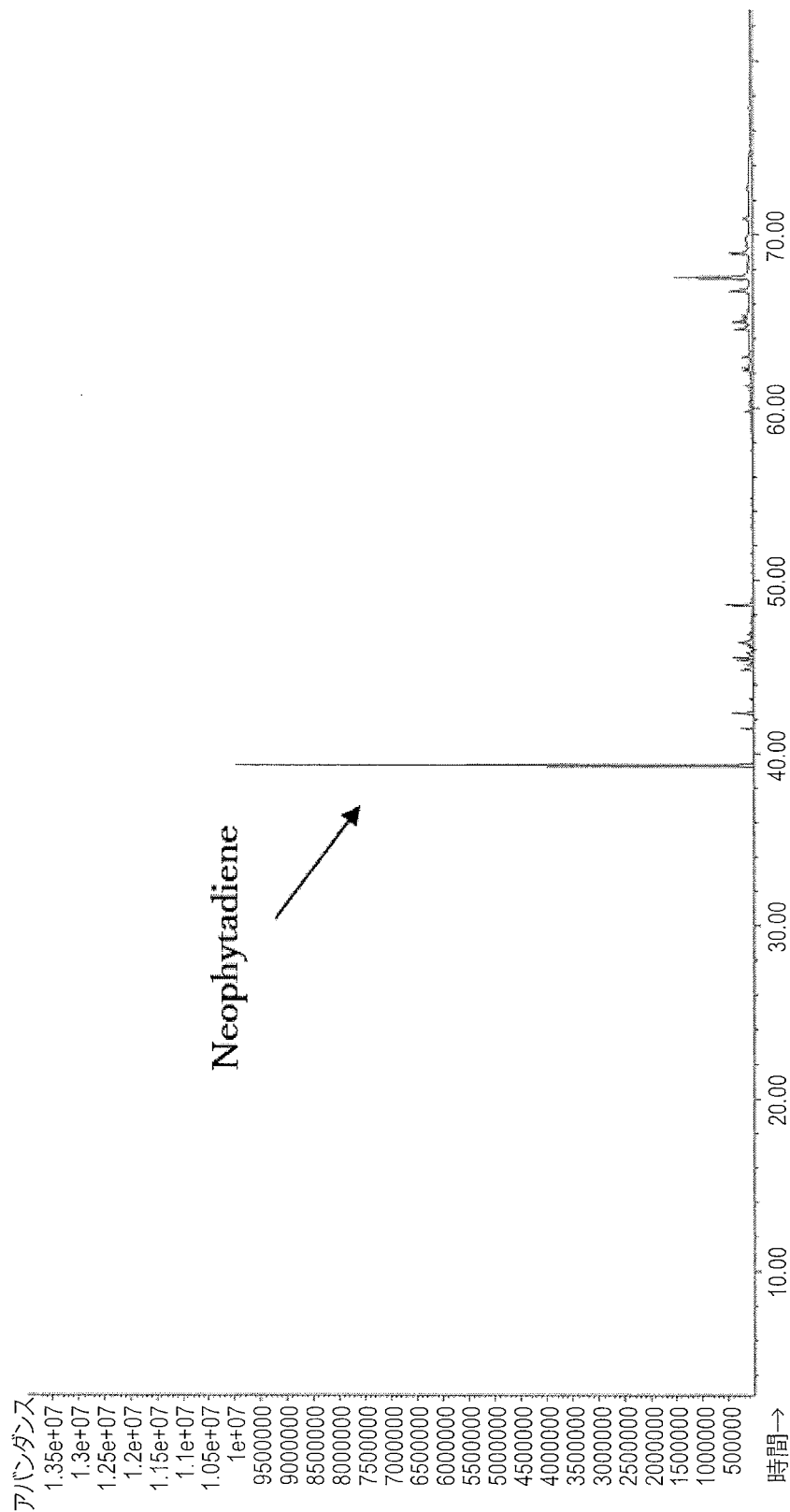
【図16】



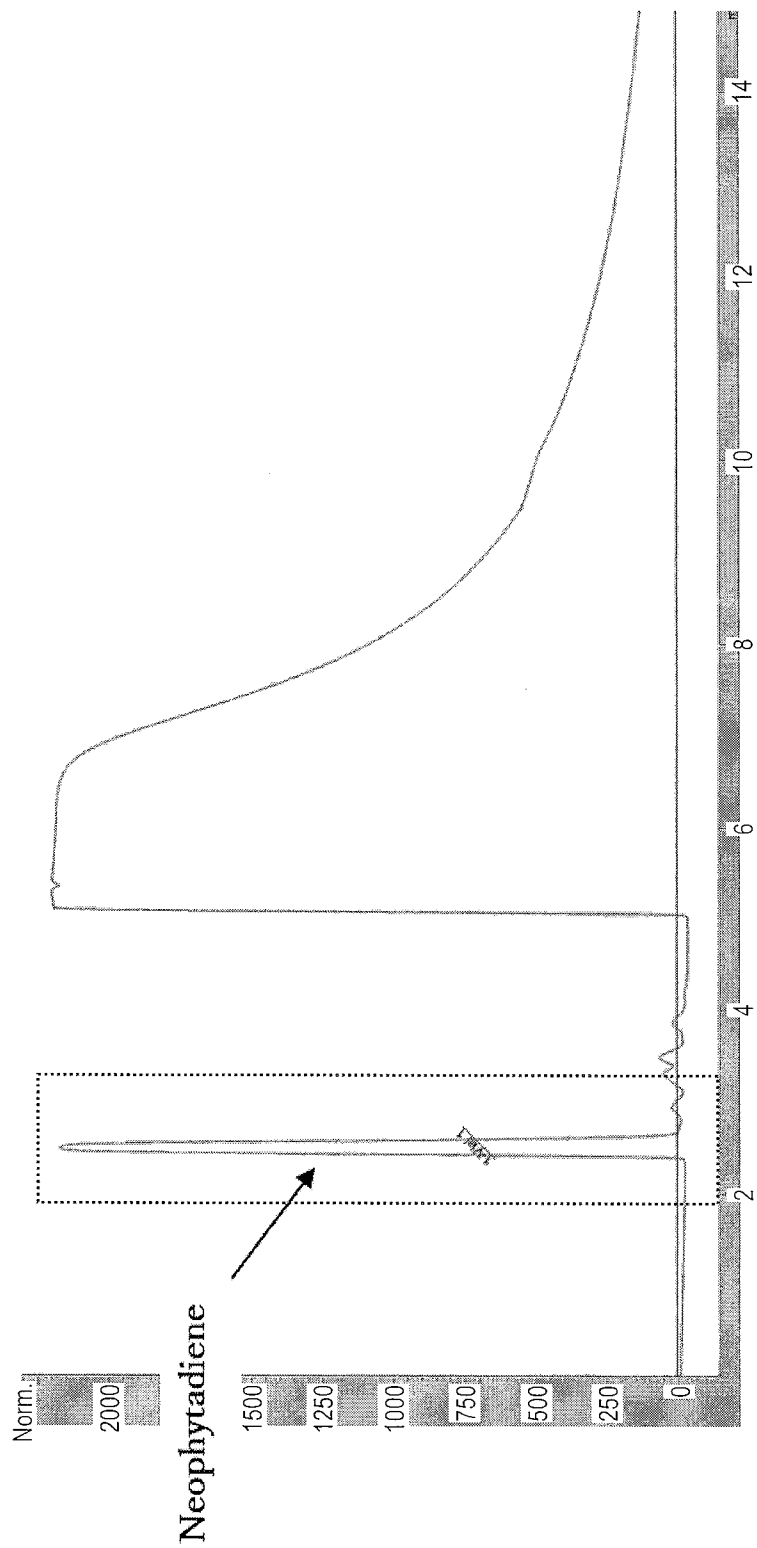
【図17】



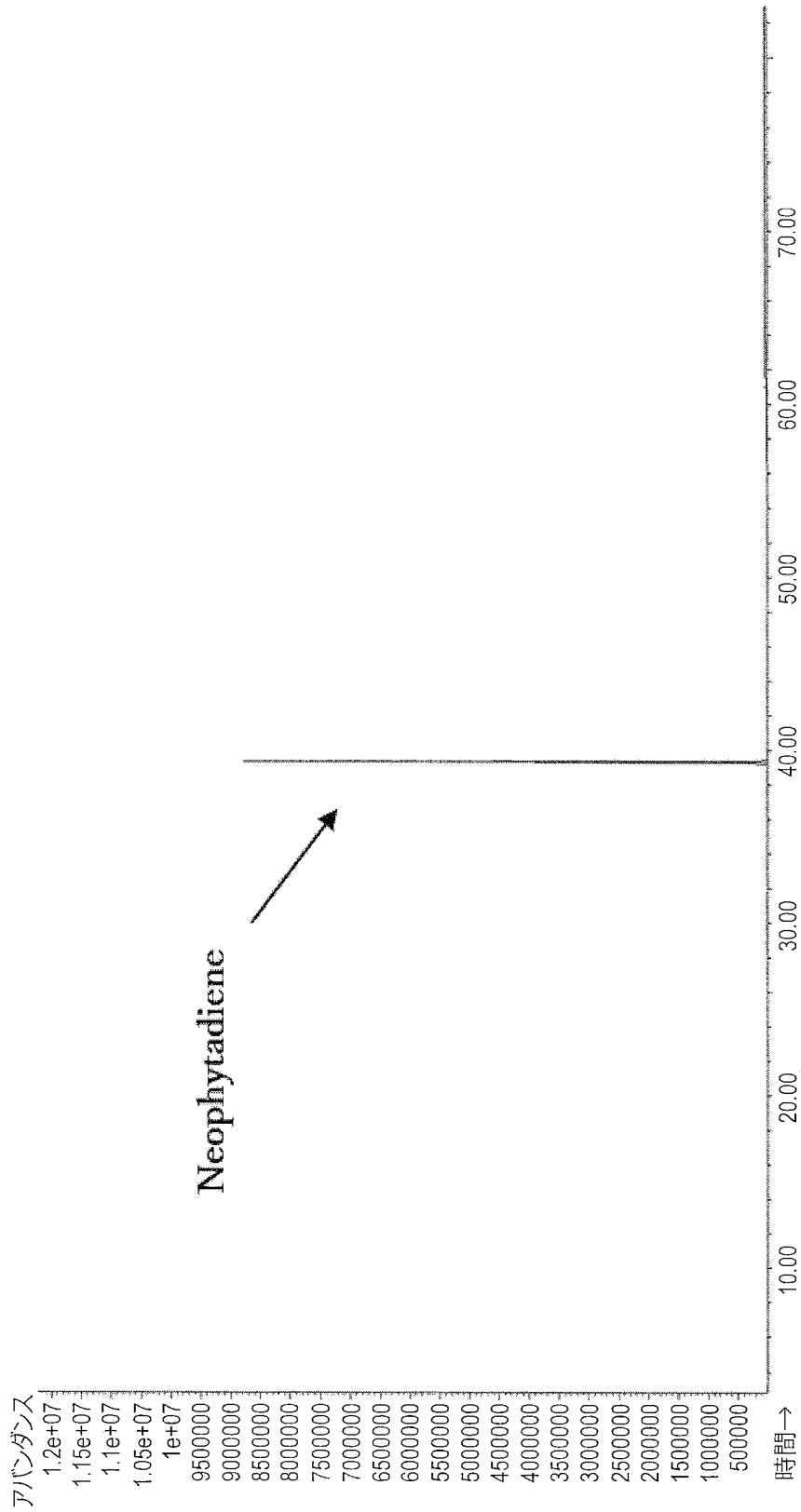
【図18】



【図19】



【図20】



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2023/009210

<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b>		
A24B 15/32(2006.01)i; A24B 15/26(2006.01)i FI: A24B15/32; A24B15/26		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b>		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) A24B15/32; A24B15/26		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Published examined utility model applications of Japan 1922-1996 Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2023 Registered utility model specifications of Japan 1996-2023 Published registered utility model applications of Japan 1994-2023		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	CN 1720827 A (SU, Shaoning) 18 January 2006 (2006-01-18)	1-16
A	CN 110041303 A (SHENZHEN BOTON FLAVORS & FRAGRANCES CO LTD) 23 July 2019 (2019-07-23)	1-16
A	JP 2018-007687 A (R. J. REYNOLDS TOBACCO COMPANY) 18 January 2018 (2018-01-18)	1-16
A	CN 111233611 A (UNIV KUNMING SCIENCE & TECH) 05 June 2020 (2020-06-05)	1-16
A	CN 110584186 A (YUXI TOBACCO COMPANY OF YUNNAN PROVINCE) 20 December 2019 (2019-12-20)	1-16
P, A	WO 2022/102541 A1 (JAPAN TOBACCO INC) 19 May 2022 (2022-05-19)	1-16
P, A	WO 2022/102542 A1 (JAPAN TOBACCO INC) 19 May 2022 (2022-05-19)	1-16
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search <b>04 April 2023</b>		Date of mailing of the international search report <b>25 April 2023</b>
Name and mailing address of the ISA/JP <b>Japan Patent Office (ISA/JP) 3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915 Japan</b>		Authorized officer  Telephone No.

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**  
**Information on patent family members**

International application No.

**PCT/JP2023/009210**

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
CN	1720827	A	18 January 2006	(Family: none)	
CN	110041303	A	23 July 2019	(Family: none)	
JP	2018-007687	A	18 January 2018	WO 2012/148996	A1
				US 2012/0272976	A1
				US 2016/0143347	A1
				EP 2701540	A1
				EP 3545775	A1
				JP 2014-512825	A
				CN 103561595	A
				CN 110140993	A
				PL 2701540	T
				ES 2729789	T
CN	111233611	A	05 June 2020	(Family: none)	
CN	110584186	A	20 December 2019	(Family: none)	
WO	2022/102541	A1	19 May 2022	(Family: none)	
WO	2022/102542	A1	19 May 2022	(Family: none)	

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC）） A24B 15/32(2006.01)i; A24B 15/26(2006.01)i FI: A24B15/32; A24B15/26		
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC）） A24B15/32; A24B15/26 最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの 日本国実用新案公報 1922 - 1996年 日本国公開実用新案公報 1971 - 2023年 日本国実用新案登録公報 1996 - 2023年 日本国登録実用新案公報 1994 - 2023年		
国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）		
C. 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	CN 1720827 A (SU SHAONING) 18.01.2006 (2006 - 01 - 18)	1-16
A	CN 110041303 A (SHENZHEN BOTON FLAVORS & FRAGRANCES CO LTD) 23.07.2019 (2019 - 07 - 23)	1-16
A	JP 2018-007687 A (アール・ジエイ・レイノルズ・タバコ・カンパニー) 18.01.2018 (2018 - 01 - 18)	1-16
A	CN 111233611 A (UNIV KUNMING SCIENCE & TECH) 05.06.2020 (2020 - 06 - 05)	1-16
A	CN 110584186 A (YUXI TOBACCO COMPANY OF YUNNAN PROVINCE) 20.12.2019 (2019 - 12 - 20)	1-16
P, A	WO 2022/102541 A1 (日本たばこ産業株式会社) 19.05.2022 (2022 - 05 - 19)	1-16
P, A	WO 2022/102542 A1 (日本たばこ産業株式会社) 19.05.2022 (2022 - 05 - 19)	1-16
<input type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input checked="" type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。		
* 引用文献のカテゴリー “A” 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの “E” 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの “L” 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す） “O” 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 “P” 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献 “T” 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と抵触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの “X” 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの “Y” 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの “&” 同一パテントファミリー文献		
国際調査を完了した日	04.04.2023	国際調査報告の発送日 25.04.2023
名称及びあて先 日本国特許庁(ISA/JP) 〒100-8915 日本国 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	権限のある職員（特許庁審査官）  宮部 菜苗 3R 5564  電話番号 03-3581-1101 内線 3372	

国際調査報告  
 パテントファミリーに関する情報

国際出願番号

PCT/JP2023/009210

引用文献			公表日	パテントファミリー文献			公表日
CN	1720827	A	18.01.2006	(ファミリーなし)			
CN	110041303	A	23.07.2019	(ファミリーなし)			
JP	2018-007687	A	18.01.2018	WO	2012/148996	A1	
				US	2012/0272976	A1	
				US	2016/0143347	A1	
				EP	2701540	A1	
				EP	3545775	A1	
				JP	2014-512825	A	
				CN	103561595	A	
				CN	110140993	A	
				PL	2701540	T	
				ES	2729789	T	
CN	111233611	A	05.06.2020	(ファミリーなし)			
CN	110584186	A	20.12.2019	(ファミリーなし)			
WO	2022/102541	A1	19.05.2022	(ファミリーなし)			
WO	2022/102542	A1	19.05.2022	(ファミリーなし)			